

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ

FACULTY OF CHEMISTRY

ÚSTAV FYZIKÁLNÍ A SPOTŘEBNÍ CHEMIE

INSTITUTE OF PHYSICAL AND APPLIED CHEMISTRY

CHARAKTERIZACE TENZIDU CAE

THE CHARACTERISATION OF SURFACTANT CAE

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Monika Obršlíková

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Andrea Kargerová, Ph.D.

BRNO 2019

Zadání bakalářské práce

Číslo práce: FCH-BAK1398/2018 Akademický rok: 2018/19
Ústav: Ústav fyzikální a spotřební chemie
Studentka: **Monika Obršlíková**
Studijní program: Chemie a chemické technologie
Studijní obor: Chemie pro medicínské aplikace
Vedoucí práce: **Ing. Andrea Kargerová, Ph.D.**

Název bakalářské práce:

Charakterizace tenzidu CAE

Zadání bakalářské práce:

1. Seznámení se s metodami ultrazvuková spektroskopie s vysokým rozlišením, izotermická titrační kalorimetrie a hustoměrem DSA 5000M
2. Měření povrchového napětí, hustoty a ultrazvukové rychlosti
3. Určení kritické micelární koncentrace
4. Vyhodnocení výsledků

Termín odevzdání bakalářské práce: 24.5.2019:

Bakalářská práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu. Toto zadání je součástí bakalářské práce.

Monika Obršlíková
student(ka)

Ing. Andrea Kargerová, Ph.D.
vedoucí práce

prof. Ing. Miloslav Pekař, CSc.
vedoucí ústavu

V Brně dne 31.1.2019

prof. Ing. Martin Weiter, Ph.D.
Děkan

Abstrakt

CAE je kationtová povrchově aktivní látka, která je odvozená od DL-pyrrolidon karboxylátu, L-argininu a mastné kyseliny. Využívá se především v kosmetickém průmyslu. V současné době není známa přesná hodnota kritické micelární koncentrace tohoto tenzidu. V experimentální části bakalářské práce byla využita metoda ultrazvukové spektroskopie s vysokým rozlišením, tenziometrie, densitometrie, izotermální titrační kalorimetrie a měření rozptylu světla. Kritická micelární koncentrace tenzidu CAE byla stanovena v ultračisté deionizované vodě a v 10mM NaCl, 100mM NaCl a 150mM NaCl.

Klíčová slova

tenzid CAE, kyselina hyaluronová, ultrazvuková spektroskopie s vysokým rozlišením

Abstract

CAE is a cationic surfactant derived from DL-Pyrrolidone Carboxylate, L-Arginine and a fatty acid. This surfactant is mainly used in the cosmetic industry. The exact value of critical micellar concentration of CAE is not known yet. In this research there were examined ultrasonic velocity, density, surface tension and scattered light intensity of CAE solutions in ultra-pure deionized water, in 10mM NaCl, 100mM NaCl and 150mM NaCl.

Keywords

surfactant CAE, hyaluronic acid, high resolution ultrasonic spectroscopy

Citace

OBRŠLÍKOVÁ, Monika. Charakterizace tenzidu CAE [online]. Brno, 2019 [cit. 2019-05-22]. Dostupné z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/116291>. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, Ústav fyzikální a spotřební chemie. Vedoucí práce Andrea Kargerová.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracovala samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citovala. Bakalářská práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího bakalářské práce a děkana FCH VUT.

.....
Monika Obršlíková

Poděkování

Ráda bych poděkovala vedoucí své bakalářské práce Ing. Andree Kargerové Ph.D. za poskytnutí cenných rad, které byly nezbytné pro vypracování této práce. Dále bych chtěla poděkovat Ing. Michalu Kalinovi Ph.D., Ing. Jitce Krouské Ph.D. a Ing. Adamu Juglovi za trpělivost a pomoc při měření a zpracování naměřených dat. Velký dík patří také mým blízkým za podporu po celou dobu mého studia.

Obsah

1	ÚVOD	6
2	TEORETICKÁ ČÁST.....	7
2.1	Tenzidy	7
2.1.1	Obecná charakteristika a chemická struktura	7
2.1.2	Kritická micelární koncentrace	7
2.1.3	CAE.....	8
2.2	Kyselina hyaluronová	9
2.2.1	Obecná charakteristika	9
2.2.2	Využití.....	10
2.3	Ultrazvuková spektroskopie s vysokým rozlišením	11
2.4	Denzitometr DSA 5000M.....	12
2.5	Povrchové napětí	13
2.6	Současný stav řešení problematiky	15
3	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	16
3.1	Použité chemikálie.....	16
3.2	Příprava roztoků NaCl	16
3.3	Příprava roztoků CAE	16
3.4	Měření povrchového napětí na tenziometru KSV Sigma 700	17
3.5	Měření hustoty na hustoměru DSA 5000M.....	18
3.6	Měření ultrazvukové rychlosti na ultrazvukovém spektrometru	18
3.7	Měření na kalorimetru MicroCal PEAQ-ITC.....	18
3.8	Měření na přístroji Zetasizer Nano ZS	19
3.9	Vyhodnocení dat a diskuze.....	19
3.9.1	Stanovení CMC tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě	19
3.9.2	Stanovení CMC v 10mM NaCl.....	28
3.9.3	Stanovení CMC ve 100mM NaCl	32
3.9.4	Stanovení CMC ve 150mM NaCl	33
3.9.5	Interakce tenzidu CAE s kyselinou hyaluronovou	38
4	ZÁVĚR.....	44
5	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	46
6	SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK	48
7	PŘÍLOHY.....	49

1 ÚVOD

Tenzid CAE je povrchově aktivní látka, která se díky svým vlastnostem využívá především v kosmetickém průmyslu, nejčastěji bývá složkou šampónů, kondicionérů či pečující kosmetiky. Jedná se o kationaktivní látku, která je v současné době pouze částečně prozkoumána a v literatuře není uvedena kritická micelární koncentrace tohoto tenzidu.

Cílem práce bylo seznámit se s experimenty, které jsou vhodné pro stanovení kritické micelární koncentrace povrchově aktivních látek. Metody, které byly v experimentální části této práce použity, jsou ultrazvuková spektroskopie s vysokým rozlišením, tenziometrie, denzitometrie, izotermální titrační kalorimetrie a měření intenzity rozptýleného světla na přístroji Zetasizer Nano ZS. Veškeré experimenty probíhaly při konstantní teplotě 25 °C. Kritická micelární koncentrace tenzidu CAE byla určena v ultračisté deionizované vodě a dále v prostředích chloridu sodného, konkrétně v 10mM NaCl, 100mM NaCl a 150mM NaCl.

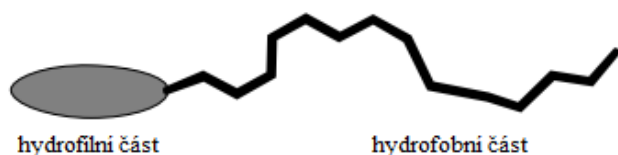
Dále byly zkoumány interakce tenzidu CAE s kyselinou hyaluronovou. Pro přípravu vzorků byly použity dvě molekulové hmotnosti kyseliny hyaluronové: 250-450 kDa a 1400-1600 kDa. Vzorky byly připraveny suchou cestou, tedy smícháním tenzidu a polymeru v práškové formě a následným rozpuštěním v ultračisté deionizované vodě. Vzniklé gely byly pozorovaly vizuálně.

2 TEORETICKÁ ČÁST

2.1 Tenzidy

2.1.1 Obecná charakteristika a chemická struktura

Tenzidy, označované také jako povrchově aktivní látky, jsou organické látky, které mají schopnost snižovat povrchovou energii systému tím, že se i při nízkých koncentracích adsorbují na fázové rozhraní. Jedná se o amfipatické molekuly sestávající z dlouhého uhlíkového řetězce, který představuje hydrofobní část tenzidu a ze silně polární hydrofilní skupiny (**Obrázek 1**). [1, 2]

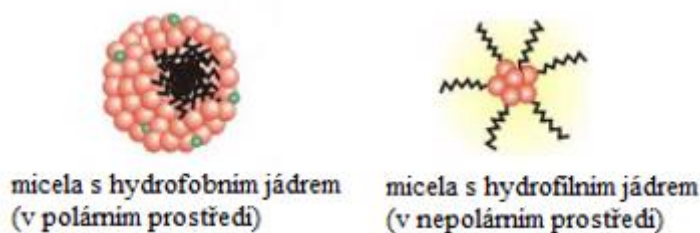


Obrázek 1: Struktura tenzidu. [2]

Podle toho, jak se tenzidy dokáží ve vodě štěpit, je můžeme rozdělit na ionogenní a neionogenní. Mezi ionogenní řadíme kationtové, aniontové a amfoterní povrchově aktivní látky. Kationtové tenzidy jsou tetraalkylamonné soli, neboť kationtem je kvartérní atom dusíku. Ve své molekule tyto látky obsahují dlouhý uhlíkatý řetězec a využití nalézají především jako desinfekční prostředky a často také tvoří složku šampónů a kondicionérů. Aniontové tenzidy jsou především soli vyšších mastných kyselin a využívají se jako detergenty a saponáty, mezi nejvýznamnější patří sodná sůl vyšších mastných kyselin, tedy mýdlo. Pokud jsou ve vodném prostředí přítomny jak kationtové, tak aniontové tenzidy, nedochází k tvorbě micel, neboť vzniká sůl, která je v polárním rozpouštědle nerozpustná. Výjimku tvoří tenzidy, které ve své molekule obsahují kromě ionogenní části také část neionogenní, díky které by došlo k rozpuštění vzniklé sloučeniny. U amfoterních povrchově aktivních látek závisí náboj na pH prostředí. Díky schopnosti rozpouštět látky i v prostředí, ve kterém jsou jinak prakticky nerozpustné, se tenzidy využívají primárně jako detergenty. [1, 3]

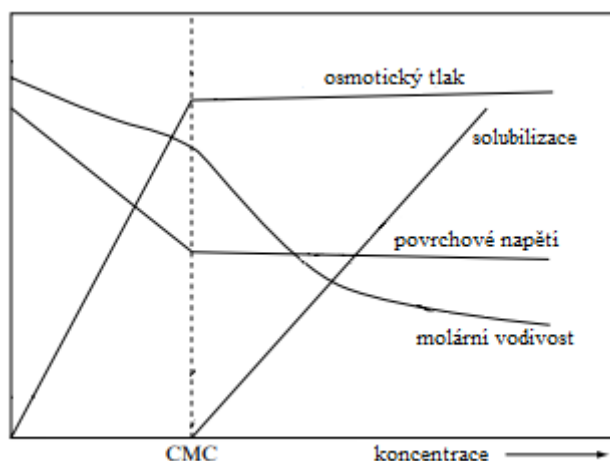
2.1.2 Kritická micelární koncentrace

Díky své struktuře mohou povrchově aktivní látky vytvářet micely. Ve vodě, jakožto v polárním rozpouštědle, se tenzidy orientují nepolární částí dovnitř a polární skupiny se tak nachází na povrchu micely, toto uspořádání můžeme vidět na **Obrázku 2**. Molekuly zaujmají tento tvar, aby se co nejvíce minimalizoval kontakt nepolární části tenzidu s polárním rozpouštědlem. [4]



Obrázek 2: Struktura micely. [3]

Koncentrace, při které začnou vznikat micely, se označuje jako kritická micelární koncentrace (CMC). Pokud je koncentrace povrchově aktivní látky nižší než příslušná CMC, tenzid se v roztoku nachází ve formě jednotlivých molekul. Po dosažení CMC se s každým dalším přidavkem tenzidu tvoří micely. Vznik micel v roztoku doprovází změny celé řady vlastností dané soustavy, například povrchového napětí, hustoty, vodivosti a další (**Obrázek 3**). Mezi hlavní faktory ovlivňující CMC patří především délka uhlíkového řetězce, kdy hodnota CMC s rostoucím počtem uhlíků v řetězci klesá. Dále má vliv také náboj hydrofilní části tenzidu. Obecně platí, že nenabitě tenzidy mají nižší CMC než tenzidy nabitě. Kritickou micelární koncentraci ovlivňuje také složení roztoku – přítomnost elektrolytů u většiny povrchově aktivních látek CMC snižuje. [3, 5]

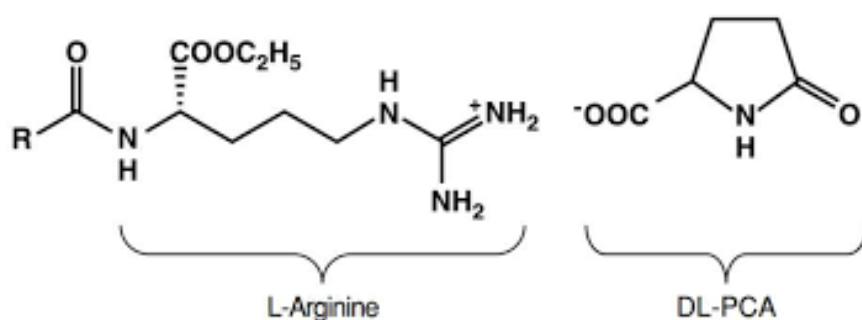


Obrázek 3: Změny vlastností roztoku po dosažení CMC. [2]

2.1.3 CAE

CAE z anglického Cocoyl aginine ethylester je kationtový tenzid. Jedná se o amoniovou sůl, neboť kationtem je kvartérní atom dusíku. Molekula je odvozena od L-argininu, DL-pyrrolidon karboxylátu a mastné kyseliny (**Obrázek 4**).

CAE je bílá krystalická látka, která díky svým vlastnostem nachází využití především v kosmetickém průmyslu. Nejčastěji se používá jako složka šampónů a kondicionérů, neboť vlasy posiluje, dodává jim pružnost a zabraňuje jejich elektrizování. Povrchově aktivní látka se svojí kladně nabitou částí váže na záporně nabitý povrch vlasu a hydrofobní část tenzidu tak vytváří ochranou vrstvu vlasu. Dále se používá jako složka pečující kosmetiky – například pleťových krémů a pleťových vod a využívá se také jako přísada do opalovacích krémů a krémů po opalování. Jedná se o stabilní látku, která pro lidský organismus není nebezpečná a která má desinfekční a antibakteriální účinky. [6, 7]

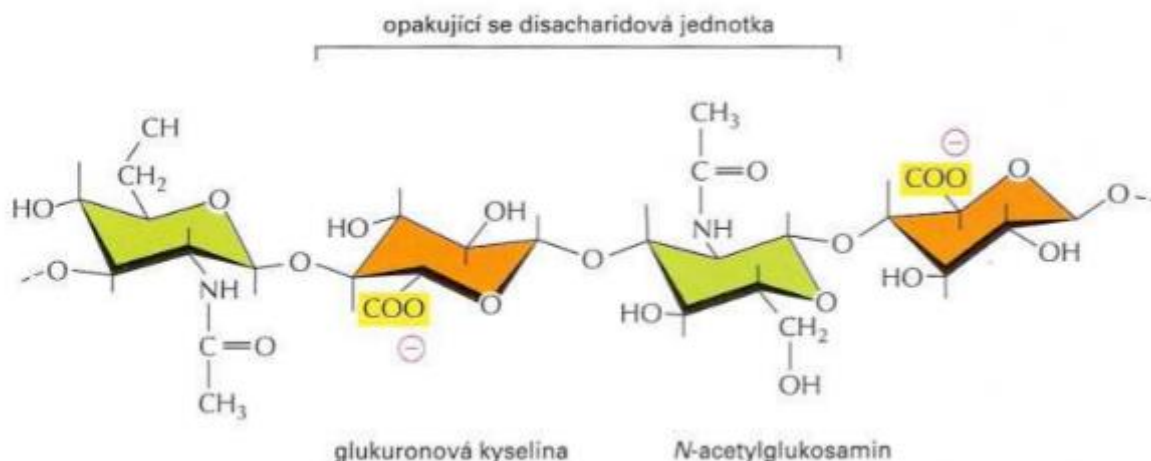


Obrázek 4: Struktura tenzidu CAE. [6]

2.2 Kyselina hyaluronová

2.2.1 Obecná charakteristika

Kyselina hyaluronová je lineární nevětvený polysacharid, který se přirozeně vyskytuje ve všech živých organismech. Molekula kyseliny hyaluronové ve své struktuře obsahuje dvě stále se opakující sacharidové podjednotky složené z N-acetylglukosaminu a kyseliny glukuronové (**Obrázek 5**). Tyto disacharidy jsou navzájem spojeny beta 1,4 glykosidickou vazbou a beta 1,3 glykosidickou vazbou. Molekula je energeticky velmi stabilní díky orientaci objemných skupin (hydroxylových a karboxylových) do ekvatoriální polohy. Molekulová hmotnost kyseliny hyaluronové může v závislosti na zvoleném výchozím materiálu a na počtu disacharidových jednotek v řetězci dosahovat hodnoty až 10 MDa. [8, 9]



Obrázek 5: Struktura kyseliny hyaluronové. [10]

Kyselina hyaluronová je syntetizována na plazmatické membráně pomocí membránově vázaných enzymů. Nově syntetizované molekuly následně prochází do extracelulárního prostoru přes póry v membráně. K degradaci dochází opět pomocí enzymů, které hydrolyzují vazby mezi disacharidovými jednotkami a kyselina hyaluronová se tak rozpadá na jednotlivé části. V lidském těle se na degradaci kyseliny hyaluronové podílí celkem šest enzymů. [11]

V živých organismech najdeme kyselinu hyaluronovou především v měkkých pojivových tkáních, kde tvoří jednu ze složek mezibuněčné hmoty. Dále se vyskytuje také v lymfě, pupeční šňůře, očním sklivci, játrech, slinivce a v synoviální tekutině, která díky lubrikaci zajišťuje vzájemný pohyb kloubů. V lidském těle se nachází celkem asi 15 g kyseliny hyaluronové. [9, 12]

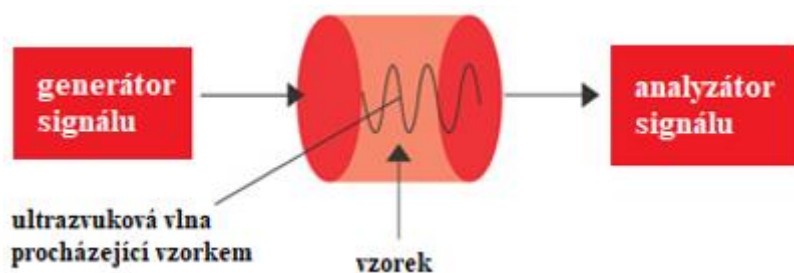
2.2.2 Využití

Díky svým vlastnostem je kyselina hyaluronová nezbytná pro správné fungování lidského organismu a nachází tak uplatnění v celé řadě oborů, zejména v medicíně a farmacii. Díky tomu, že velice dobře váže vodu, dokáže zvlhčovat i tkáň ve svém okolí, zajišťuje transport iontů a dalších látek mezi buňkami a napomáhá udržovat stálý osmotický tlak. Dále se tato látka vyznačuje vysokou elasticitou a nalézá tak využití například v oční chirurgii či plastické chirurgii. Protože se kyselina hyaluronová přirozeně vyskytuje v synoviální tekutině, uplatňuje se také v ortopedii, kdy vzhledem ke svým lubrikačním vlastnostem může snižovat tření mezi plochami kloubů a tím mírnit bolesti. Kyselina hyaluronová je zcela biokompatibilní a často se tak využívá k hojení ran. S věkem se koncentrace kyseliny hyaluronové v dermis nemění, zatímco v epidermis, tedy v horní vrstvě kůže, koncentrace postupně klesá s věkem. Při aplikaci látky do pokožky je kůže hydratovaná, pružná a dochází k eliminaci tvorby vrásek. [11, 12]

2.3 Ultrazvuková spektroskopie s vysokým rozlišením

Ultrazvuková spektroskopie s vysokým rozlišením se řadí mezi nedestruktivní analytické metody, přičemž základními měřenými parametry jsou ultrazvuková rychlost a zeslabení. Metoda se využívá k analýze výhradně kapalných látek či gelů. K detekci přístroj využívá vysokofrekvenční akustické vlny a dokáže měřit ultrazvukovou rychlost s přesností na čtyři desetinná místa, tedy o tři řády přesněji než běžné ultrazvuky. Ultrazvuková spektroskopie se od běžně používaných spektroskopických metod liší tedy především tím, že k analýze látek využívá zvukové vlny, které prochází zkoumaným vzorkem, přičemž dochází ke změně parametrů daných vln. K běžným spektroskopickým metodám patří například UV-VIS spektroskopie či infračervená spektroskopie, kde je předmětem zkoumání schopnost dané látky absorbovat elektromagnetické záření o různé vlnové délce. [13, 14]

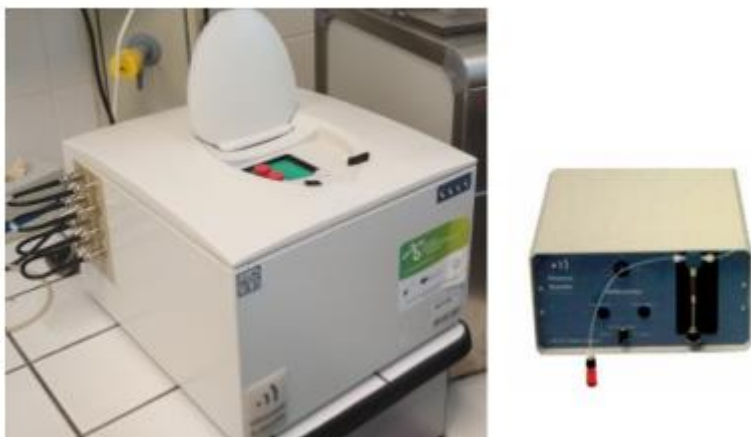
Nezbytnou součástí ultrazvukového spektrometru je generátor elektrického signálu. Díky tomu, že jsou zvukové vlny vytvářeny pomocí generátoru, je možné měnit jejich vlnovou délku, což je nesporná výhoda oproti klasickým optickým metodám, které jsou limitovány zvoleným zdrojem světla. Následně je elektrický signál převeden na ultrazvukovou vlnu, která prochází celou se vzorkem. Při průchodu vzorkem ztrácí vlna část své vnitřní energie a mění se tak její vlastnosti, především její rychlost. Za měřicí celou se nachází další převodník a ultrazvuková vlna je převedena na signál, který může být dále analyzován (**Obrázek 6**). Naměřená hodnota ultrazvukové rychlosti závisí na vlastnostech zkoumaného vzorku, zejména potom na hustotě a elasticitě. [13, 14]



Obrázek 6: Princip měření na přístroji HRUS. [15]

Velkou výhodou této metody je, že ultrazvuková vlna dokáže projít skrz zakalené a také velmi koncentrované vzorky. Díky této metodě jsme tedy schopni zkoumat i materiály, které metodami klasické spektroskopie není možné analyzovat. K měření stačí malé množství vzorku; do měřicí cely se dává 1 ml roztoku. Měření může probíhat při široké škále teplot od -40 °C do 130 °C, přičemž vybraná teplota je udržována po celou dobu měření pomocí termostatu. Dále může analýza vzorků probíhat v kinetickém či titračním režimu. Metoda je

vhodná k použití zejména v chemickém, farmaceutickém a kosmetickém průmyslu, dále také v potravinářském či petrochemickém průmyslu. [13, 14]



Obrázek 7: Ultrazvuk s vysokým rozlišením (vlevo); automatický titrátor (vpravo). [16]

2.4 Denzitometr DSA 5000M

Denzitometr DSA 5000M od firmy Anton Paar obsahuje dvě měřicí cely z borosilikátového skla (**Obrázek 8**), pomocí kterých lze snadno určit hustotu a rychlost zvuku zkoumaného vzorku. Nejdříve se vzorkem plní cela pro určení rychlosti zvuku a následně se vzorek dostává také do cely pro měření hustoty, která má tvar písmene U. V cele pro stanovení rychlosti zvuku se nachází dva piezoelektrické snímače, jeden z nich vysílá zvukové vlny o frekvenci 3 MHz, které prochází celou a druhý snímač tyto vlny přijímá. Rychlost zvuku se dá stanovit jako poměr dráhy a času, v tomto případě tedy jako poměr vzdálenosti piezoelektrických snímačů a doby, za kterou zvuková vlna projde od vysílače k přijímači. Princip měření hustoty spočívá v rozkmitání U trubice se vzorkem na určitou frekvenci, která závisí na stanovované látce. [17, 18]

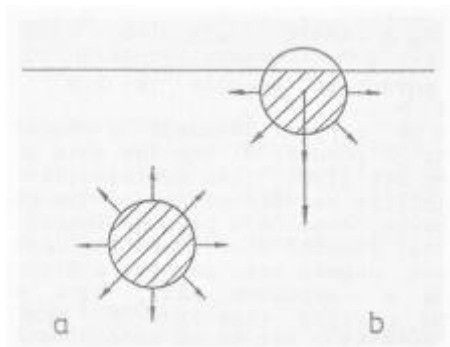


Obrázek 8: Denzitometr DSA 5000M (vlevo); vnitřní uspořádání přístroje (vpravo)

Pomocí termostatu je možné obě měřicí cely zahřívat, přístroj umožňuje měřit hustotu a rychlost zvuku v rozsahu teplot od 0°C do 70°C. Součástí přístroje je také nádoba obsahující krystalky sušícího činidla. Nádoba je napojena na pumpu, která vhání vzduch do měřicí cely a zajišťuje tak její dostatečné vysušení. Velkou výhodou tohoto přístroje je možnost analyzovat i velmi koncentrované vzorky a dále také časová nenáročnost měření. Metoda se dá využít nejen k měření hustoty a rychlosti zvuku běžných chemikálií, slouží také ke stanovení koncentrace dvousložkových či tříložkových roztoků. [19, 20]

2.5 Povrchové napětí

Povrchové napětí vzniká jako důsledek vzájemného působení přitažlivých sil uvnitř kapaliny, přičemž je součet těchto soudržných sil nulový. Molekuly na povrchu kapaliny jsou v důsledku nerovnováhy sil vtahovány dovnitř kapaliny a látka se tak snaží zaujmout co nejmenší plochu a ideální energeticky výhodný kulový tvar viz **Obrázek 9**. Na velikost povrchového napětí může mít vliv také prostředí, zejména pak teplota. Obecně platí, že s rostoucí teplotou povrchové napětí klesá. [21]



Obrázek 9: Povrchové napětí – působení přitažlivých sil. [22]

2.5.1 Metody měření povrchového napětí

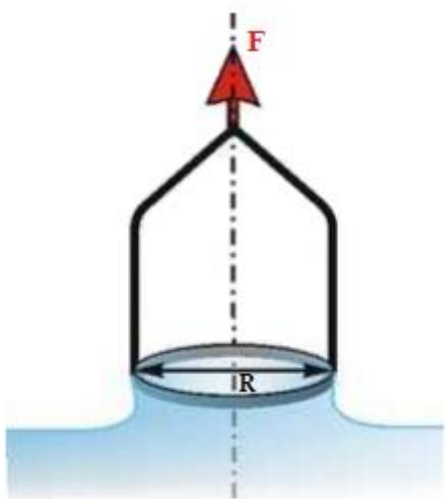
Metody vhodné pro měření povrchového napětí kapalin jsou metody statické a metody dynamické. Statické metody umožňují získat hodnoty povrchového napětí přímo, uplatňuje se zde rovnováha mezi působícími silami. Do této skupiny patří metoda kapilární elevace, dále Wilhelmyho metoda, metoda maximálního tlaku bubliny, metoda odtrhávání kroužku a další. Dynamické metody pracují na principu sledování povrchové vrstvy kapaliny, která není v rovnovážném stavu. Příkladem je metoda oscilujícího paprsku. [3]

2.5.2 Metoda odtrhávání kroužku

Základním principem metody odtrhávání kroužku neboli du Noüyho metody je vytahování platinového kroužku z roztoku, přičemž je měřena síla potřebná k oddělení kroužku od rozhraní (**Obrázek 10**). Povrchové napětí můžeme vyjádřit vztahem:

$$\sigma = \frac{F}{4 \cdot \pi \cdot R} \cdot C \quad (2.5.2.1)$$

kde F je síla působící na kroužek [N], R je průměr kroužku [m] a C je korekční faktor [-]. Ve jmenovateli zlomku je uveden dvojnásobný obvod kroužku, a to z důvodu, že kapalina kroužek smáčí jak na vnějším, tak na vnitřním obvodu. Korekční faktor se do rovnice zavádí kvůli objemu kapaliny, který na kroužku po odtržení zůstává. Hodnota tohoto koeficientu závisí na tvaru kroužku a také na vlastnostech kapaliny, zejména pak na hustotě. Z rovnice vyplývá, že jednotka povrchového napětí je N/m, častěji používaná ve tvaru mN/m. [3, 21, 23]



Obrázek 10: Du Noüyho metoda stanovení povrchového napětí. [3]

2.6 Současný stav řešené problematiky

Tenzid CAE je doposud málo prozkoumaná sloučenina a v současné době neexistuje žádný článek zabývající se podrobněji vlastnostmi této povrchově aktivní látky.

Jan Trtek [24] se ve své diplomové práci zabývá interakcemi tenzidu CAE s kyselinou hyaluronovou. Vzájemné interakce těchto látek probíhaly ve dvou prostředích, a to v ultračisté deionizované vodě a v prostředí 150mM NaCl. Pro stanovení kritické micelární koncentrace tenzidu CAE byla jako hlavní metoda využita ultrazvuková spektroskopie s vysokým rozlišením, přičemž všechna měření probíhala v titračním režimu. Metoda byla doplněna měřením povrchového napětí na tenziometru KSV Sigma 700 a také měřením na izotermálním kalorimetru. CMC byla v ultračisté deionizované vodě při 25 °C stanovena na 2,82 g/l, ve 150mM NaCl na 0,23 g/l. Molekulová hmotnost tenzidu byla získána pomocí metody SEC-MALS-dRI. Měření se provádělo celkem pětkrát, průměrná hodnota ze všech pěti měření je 390,0 Da se směrodatnou odchylkou 53,6 Da.

Vzájemným působením kationtových povrchově aktivních látek a kyseliny hyaluronové se zabývali také **Andrea Kargerová** a **Miloslav Pekař** [25] Čtyři vzorky kyseliny hyaluronové o různé molekulové hmotnosti byly rozpuštěny v ultračisté deionizované vodě a ve 150mM NaCl. Použité povrchově aktivní látky byly CTAB a TTAB. Vzorky byly měřeny pomocí ultrazvuku s vysokým rozlišením v titračním režimu. Díky vysoké citlivosti přístroje je možné určit kritickou micelární koncentraci tenzidu. Z měření vyplývá, že s rostoucí koncentrací tenzidu roste také naměřená relativní rychlost a při dosažení CMC je znatelný zlom, s dalšími přísadami tenzidu je relativní rychlost prakticky neměnná. V další části práce byly zkoumány interakce tenzidu TTAB s kyselinou hyaluronovou.

Sabina Jarábková [26] se ve své diplomové práci zaměřila na tvorbu hydrogelů. Vzorky byly připravovány mokrou i suchou cestou tak, že byl smícháním polymer (chitosan nebo dextran hydrochlorid) s povrchově aktivní látkou (SDS nebo SDBS) a byl pozorován vznikající gel. Jako rozpouštědlo byla použita ultračistá deionizovaná voda a 150mM NaCl. Na základě reologického měření bylo určeno, že mokrá i suchá cesta jsou vhodné metody k přípravě gelů, přičemž při porovnání obou technik vzniká přibližně stejné množství hydrogelu.

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 Použité chemikálie

CAE: Ajinomoto (Japonsko) CAS: 95370-65-3

Chlorid sodný: Lachner (Česká republika), čistota 99,5 %

Ultračistá deionizovaná voda: přístroj PURELAB

3.2 Příprava roztoků NaCl

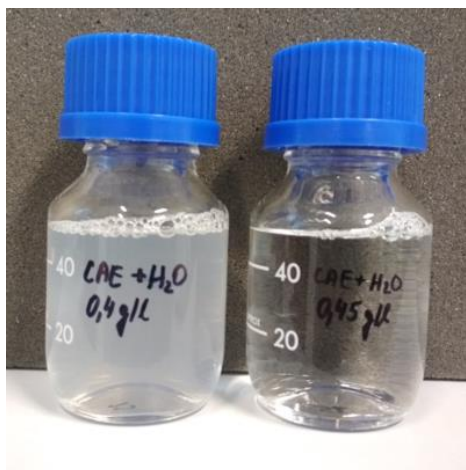
Kritická micelární koncentrace tenzidu CAE se stanovovala v ultračisté deionizované vodě a ve třech prostředích chloridu sodného (10mM NaCl, 100mM NaCl a 150mM NaCl). Roztoky NaCl byly připraveny navážením příslušného množství chloridu sodného na analytických vahách. Chlorid sodný byl kvantitativně převeden do odměrných baněk o objemu 1 litr a následně doplněn ultračistou deionizovanou vodou po rysku. Před použitím byly roztoky ponechány 24 hodin na magnetické míchačce, aby se navážka zcela rozpustila.

3.3 Příprava roztoků CAE

Roztoky byly připraveny navážením potřebného množství tenzidu CAE do skleněných vialek tak, abychom po doplnění ultračistou deionizovanou vodou z přístroje PURELAB na celkový objem 50 ml získaly roztoky o koncentracích: 0,1 g/l; 0,12 g/l; 0,15 g/l; 0,17 g/l; 0,2 g/l; 0,22 g/l; 0,25 g/l; 0,27 g/l; 0,3 g/l; 0,32 g/l; 0,35 g/l; 0,37 g/l; 0,4 g/l; 0,45 g/l; 0,5 g/l; 0,6 g/l; 0,7 g/l; 0,8 g/l a 0,9 g/l. Roztoky byly následně míchány na magnetické míchačce, dokud nedošlo k rozpuštění veškerých krystalků tenzidu CAE ve vodě, nejméně však po dobu 24 hodin.

V některých případech docházelo k neúplnému rozpuštění tenzidu a roztok zůstal zakalený, viz **Obrázek 11**. Oba roztoky byly připraveny stejným způsobem a byly ponechány 24 hodin na magnetické míchačce. Roztok s vyšší koncentrací tenzidu ve vodě se v tomto případě zcela rozpustil, roztok s nižší koncentrací zůstal zakalený. Při přípravě některých vzorků docházelo, také k opětovnému vysrážení povrchově aktivní látky, viz **Obrázek 12**.

Stejným způsobem byly připraveny také roztoky CAE v 10mM NaCl, 100mM NaCl a 150mM NaCl.



Obrázek 11: Rozpouštění tensidu CAE v ultračisté deionizované vodě, vlevo koncentrace 0,4 g/l, vpravo koncentrace 0,45 g/l.



Obrázek 12: Opětovné vysrážení tensidu CAE o koncentraci 0,04 g/l ve 100mM NaCl .

3.4 Měření povrchového napětí na tenziometru KSV Sigma 700

Před měřením povrchového napětí bylo nutné přístroj kalibrovat. Na háček se zavěsilo závaží o známé hmotnosti a následně se na háček zavěsil zpět platinový kroužek. K samotnému měření bylo zapotřebí alespoň 20 ml vzorku, do kterého byl ponořen platinový kroužek. Měření povrchového napětí trvalo přibližně 30 minut, všechny vzorky koncentrační řady ve všech prostředích byly proměřeny vzestupně dvakrát. Data se automaticky ukládala do počítače a následně mohla být exportována do programu Microsoft Excel.

3.5 Měření hustoty na hustoměru DSA 5000M

Koncentrační řada tenzidu CAE ve všech prostředích byla proměřena na přístroji DSA 5000 M. Hustota roztoků byla měřena denzitometricky při konstantní teplotě 25 °C. Před samotným měřením musel být přístroj kalibrován, provedlo se měření pro referenční prostředí vzduchu a ultračisté deionizované vody. Následně byl pomocí injekční stříkačky do přístroje vpraven odplyněný vzorek o objemu přibližně 3 ml. Bylo nutné vzorek do přístroje vstříkovat opatrně, abychom zabránili vzniku vzduchových bublin, které by mohly zkreslit naměřené hodnoty. Vstřikování vzorku bylo díky kameře možné sledovat na displeji přístroje. Jednotlivé vzorky byly měřeny dvakrát vždy vzestupně, tedy od nejnižší po nejvyšší koncentraci. Samotné měření trvalo 20 minut.

3.6 Měření ultrazvukové rychlosti na ultrazvukovém spektrometru

Vzorky koncentrační řady tenzidu CAE ve vodě i v zásobních roztocích chloridu sodného byly proměřeny na přístroji HRUS 102 při konstantní teplotě 25 °C. Před každým měřením byly referenční i měřicí cely přístroje vypláchnuty destilovanou vodou a provedlo se kontrolní měření ultračisté deionizované vody. Následně byl do měřicí cely pomocí automatické pipety vpraven 1 ml odplyněného vzorku a do referenční cely 1 ml ultračisté deionizované vody. Odplynění vzorků se provádělo pomocí centrifugy při 3000 rpm po dobu 5 minut. Měření vzorků probíhalo při šesti frekvencích v rozsahu 2752-14733 kHz. Každá frekvence je určena číslem píku, čísla píků pro ultračistou deionizovanou vodu byla 22,4 pro 2754 kHz, 42,6 pro 5247 kHz, 65,4 pro 7993kHz, 94,4 pro 11606 kHz, 97,9 pro 12098 kHz a 120 pro 14724 kHz. Samotné měření trvalo 60 minut, vzorky byly proměřovány od nejnižší koncentrace po nejvyšší. Všechny vzorky byly změřeny nejméně dvakrát.

Vzorky tenzidu CAE byly změřeny také v titračním režimu. Titrace byly provedeny pomocí automatického titrátoru, který do měřicí cely postupně přikapával objem nastavený v softwaru. Po jednotlivých přídavicích se po zvolený čas roztok v cele míchal a následoval časový úsek bez míchání, kdy docházelo k ustálení naměřeného signálu.

3.7 Měření na kalorimetru MicroCal PEAQ-ITC

Před samotným měřením na kalorimetru bylo nutné měrnou celu a dávkovací jehlu vyčistit detergentem a následně vypláchnout vodou a vysušit methanolem. Do cely o celkovém objemu 200 μ l se pomocí injekční stříkačky nadávkoval odplyněný vzorek. Jehla stříkačky se vložila na dno cely a vzorek se pomalu nadávkoval tak, aby se v cele nevytvořily vzduchové bubliny, které by ovlivňovaly výsledky měření. Dále bylo nutné nastavit celkový počet přídavek, objem

každého přídávku a doba, která uplyne mezi jednotlivými přídávky. Kalorimetr měří reakční teplo uvolněné či absorbované během chemické reakce.

3.8 Měření na přístroji Zetasizer Nano ZS

Měření probíhalo na přístroji Zetasizer Nano ZS od firmy Malvern Panalytical. Ke stanovení kritické micelární koncentrace tenzidu CAE byla využita titrační jednotka MPT-2, měření probíhalo v titračním režimu s detekcí na základě intenzity rozptýleného světla. Z časových důvodů bylo provedeno měření pouze pro ultračistou deionizovanou vodu a pro prostředí 150mM NaCl.

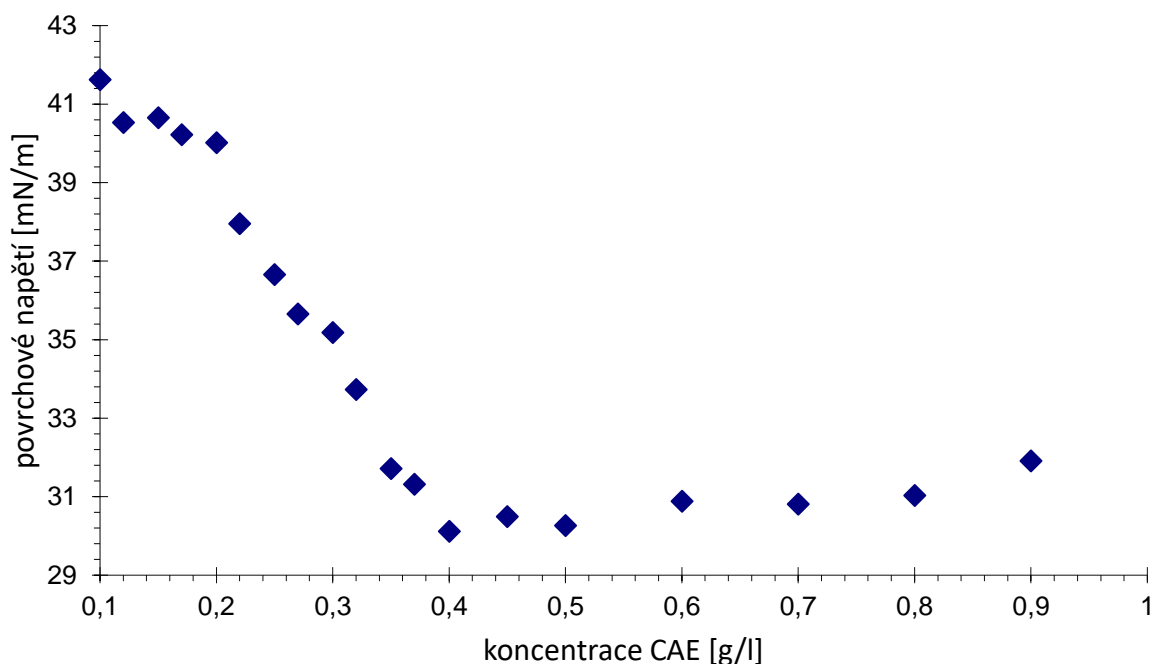
3.9 Vyhodnocení dat a diskuze

3.9.1 Stanovení CMC tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě

3.9.1.1 Měření povrchového napětí

Pomocí tenziometru KSV Sigma 700 bylo měřeno povrchové napětí roztoků tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě. Pro měření byla využita metoda odtrhávání platinového kroužku. Všechny vzorky koncentrační řady byly proměřeny dvakrát, v grafu je uvedena průměrná hodnota povrchového napětí z těchto dvou měření. Naměřené hodnoty povrchového napětí s příslušnými koncentracemi tenzidu jsou uvedeny v **Tabulce X 1** v *Příloze*, průměrná směrodatná odchylka je 0,679 mN/m.

Z **Obrázku 13** je patrné, že při nízkých koncentracích tenzidu ve vodě hodnota povrchového napětí postupně klesá. Při dosažení kritické micelární koncentrace dochází ke zlomu a hodnota povrchového napětí je s každým dalším přídávkem tenzidu téměř konstantní. Pomocí této metody byla hodnota kritické micelární koncentrace tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě stanovena na 0,4 g/l. Hodnota CMC byla dále ověřována pomocí dalších metod. Připravené vzorky byly použity k měření hustoty na denzitometru, k měření relativní ultrazvukové rychlosti na ultrazvuku s vysokým rozlišením a také ke kalorimetrickému měření na izotermním titračním kalorimetru.

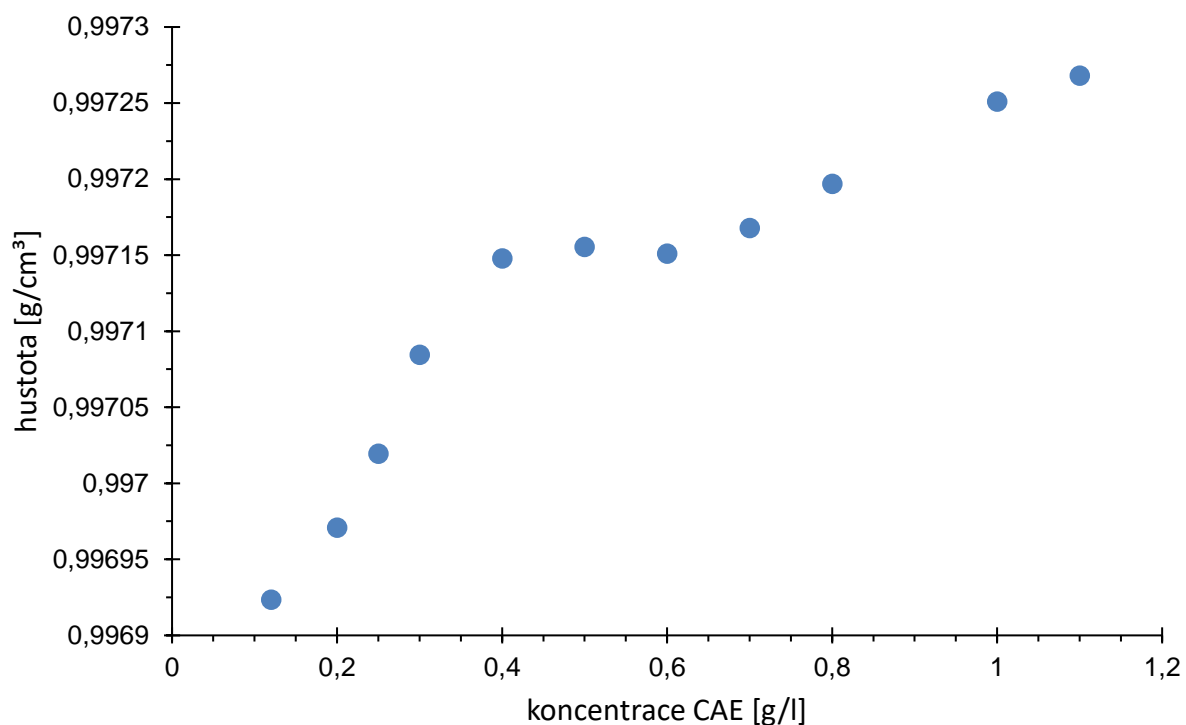


Obrázek 13: Závislost velikosti povrchového napětí na koncentraci tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě.

3.9.1.2 Měření hustoty

Na hustoměru DSA 5000M byla měřena hustota koncentrační řady tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě. Měření probíhalo při konstantní teplotě 25 °C, stálá teplota byla udržována pomocí termostatu, který je zabudovaný v přístroji. Všechny vzorky byly proměřeny dvakrát, výsledné průměrné hodnoty jsou uvedeny v *Tabulce X 3* v *Příloze*, průměrná směrodatná odchylka je $11,018 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$.

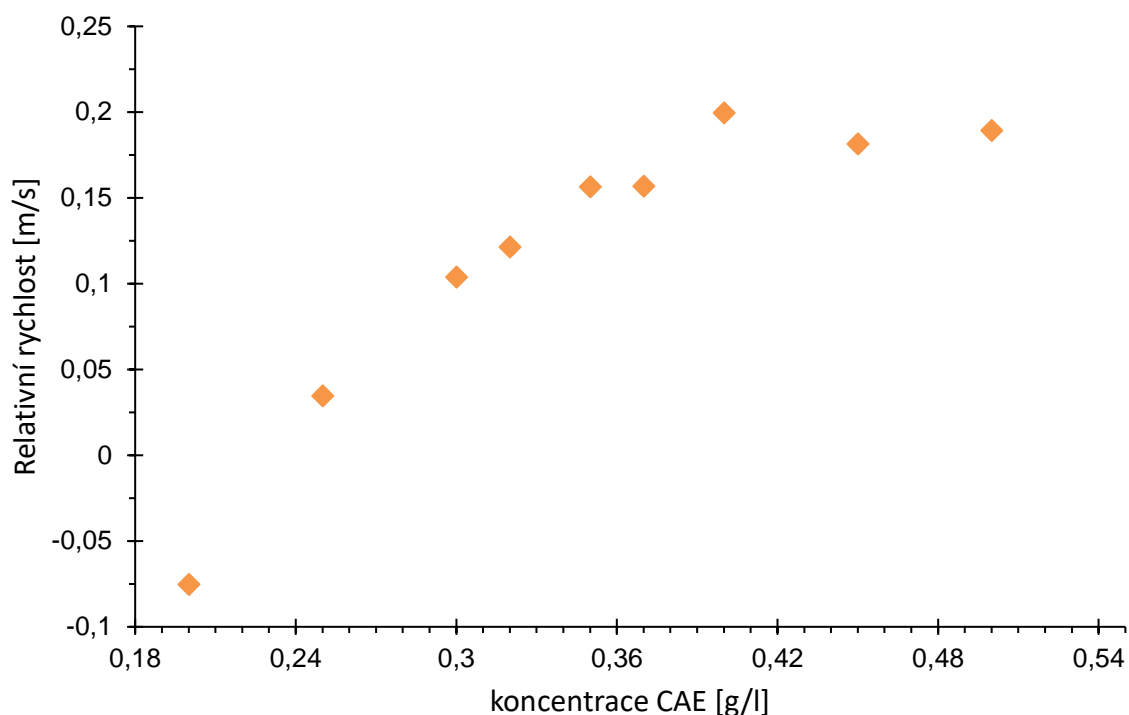
Obrázek 14 znázorňuje závislost hustoty na koncentraci tenzidu CAE ve vodě. Platí, že se zvyšující se koncentrací tenzidu roste hustota a v bodě CMC je patrný zlom. Měření potvrdilo hodnotu kritické micelární koncentrace 0,4 g/l.



Obrázek 14: Hodnoty hustoty pro tenzid CAE v ultračisté deionizované vodě při teplotě 25 °C.

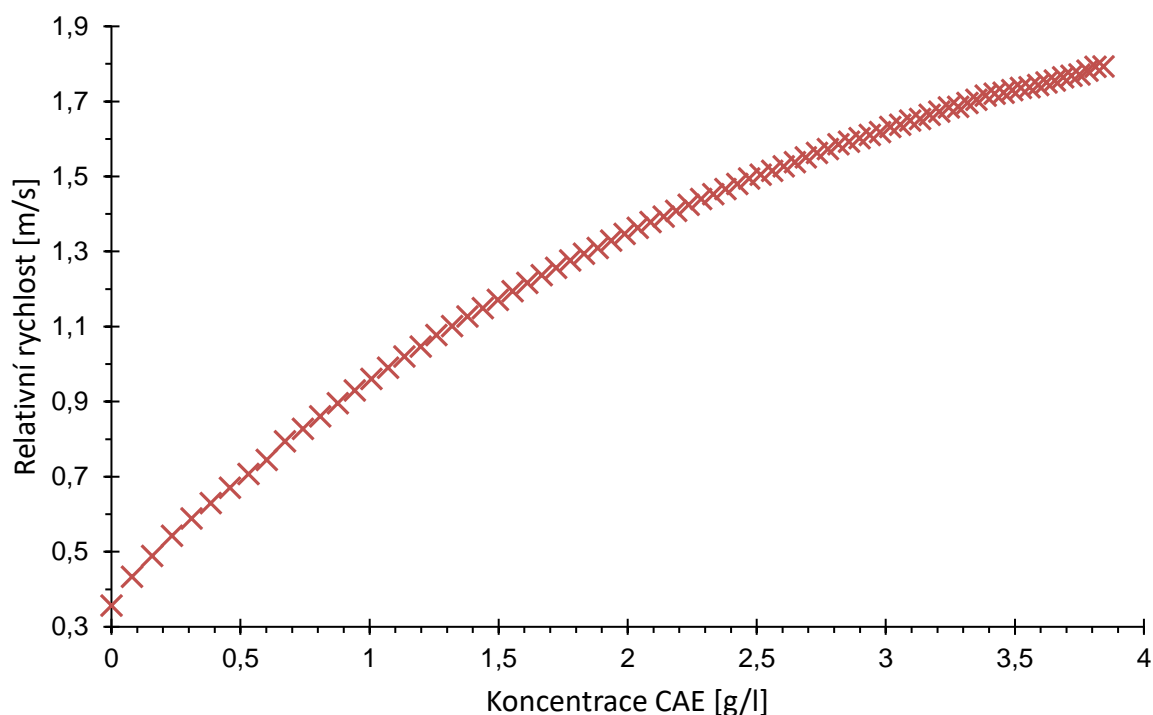
3.9.1.3 Ultrazvuková rychlost

Pro stanovení kritické micelární koncentrace bylo využito měření ultrazvukové rychlosti vybraných roztoků na ultrazvuku s vysokým rozlišením. Měření probíhalo při konstantní teplotě 25 °C, vzorky byly měřeny jak v kinetickém, tak v titračním režimu. V kinetickém režimu byly roztoky koncentrační řady vzestupně dávkovány do přístroje a postupně proměřeny. Při měření prochází celou se vzorkem ultrazvuková vlna, která je následně převedena na elektrický signál a ten pak může být analyzován. Naměřené hodnoty relativních rychlostí jsou uvedeny v **Tabulce X 5** v *Příloze*. Tyto hodnoty byly dále graficky zpracovány, viz **Obrázek 15**. Zlom nastává v očekávané oblasti, přibližně kolem koncentrace tenzidu 0,4 g/l.



Obrázek 15: Závislost relativní rychlosti na koncentraci tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě při teplotě 25 °C, měřeno na přístroji HRUS 102.

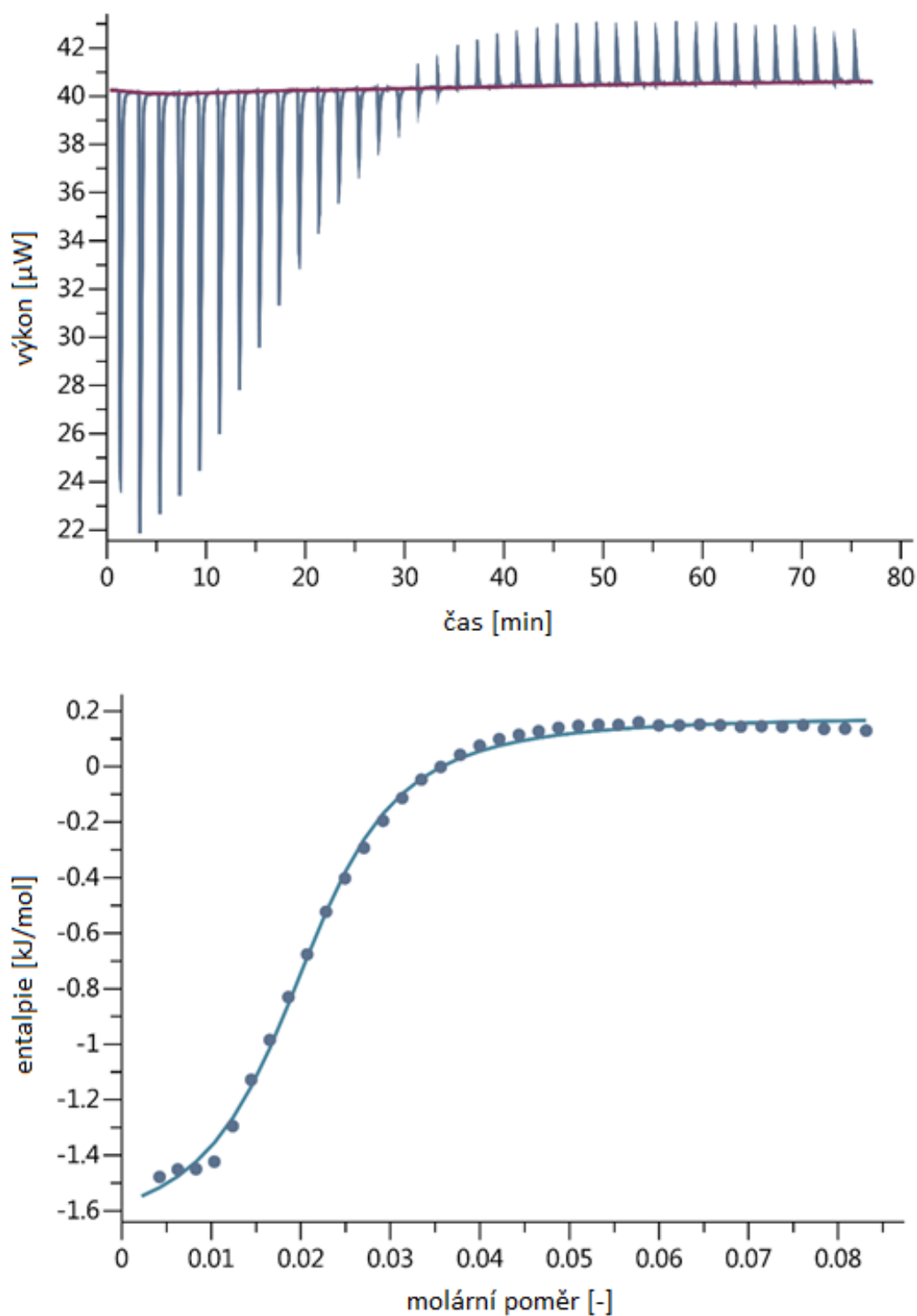
V titračním režimu byl při konstantní teplotě 25 °C do ultračisté deionizované vody titrován roztok CAE o koncentraci 10 g/l. Do měřicí cely byl napipetován 1 ml odplyněné ultračisté deionizované vody a pomocí automatického titrátoru bylo přidáno celkem 80 přídavků tenzidu, objem každého přídavku byl 8 μ l. Z titrační křivky (**Obrázek 16**) nelze určit kritickou micelární koncentraci tenzidu, neboť na křivce není patrný výrazný zlom. Tato metoda tak pravděpodobně není vhodná pro stanovení kritické micelární koncentrace tohoto tenzidu. Domnívám se, že tenzid CAE není čistá homogenní látka, pravděpodobně se jedná o směs tenzidů.



Obrázek 16: Titrační křivka, závislost relativní rychlosti na koncentraci tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě při teplotě 25 °C, měřeno na přístroji HRUS 102T.

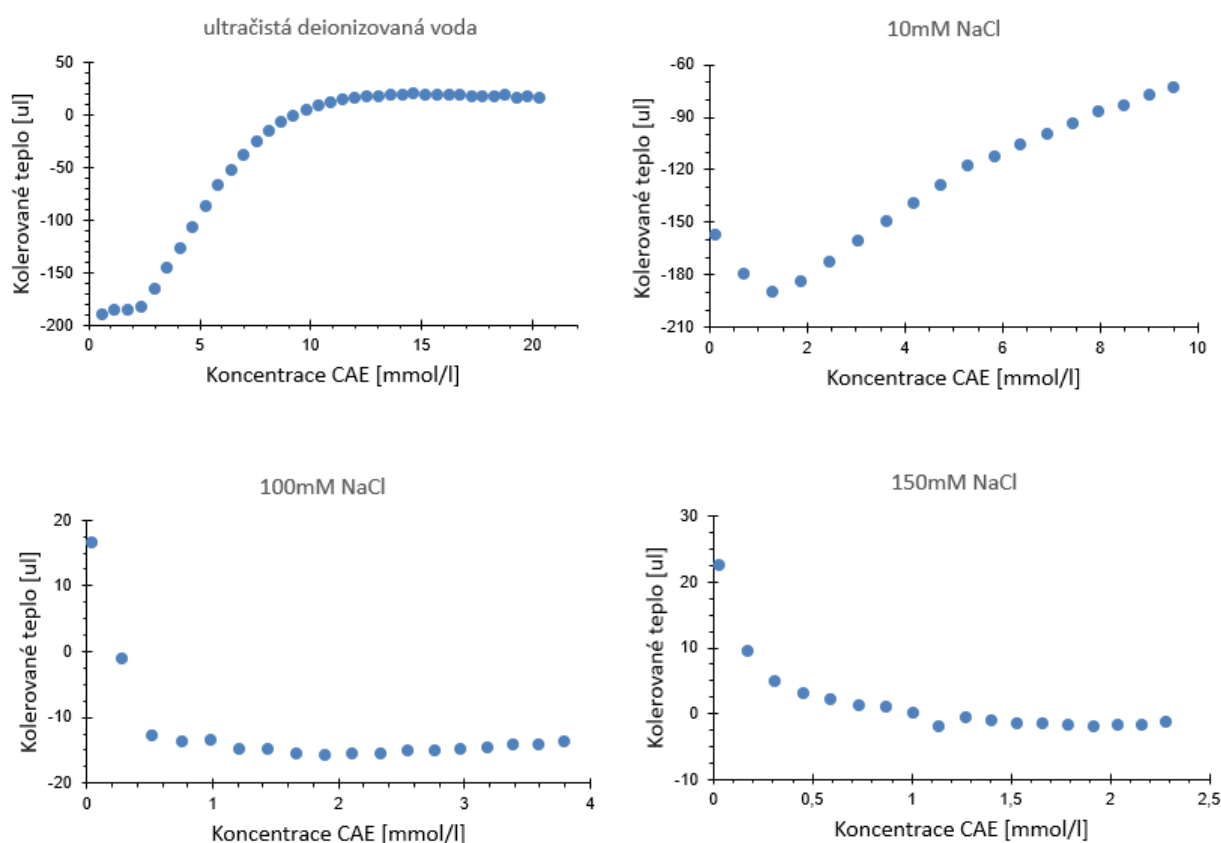
3.9.1.4 Titrační kalorimetrie

Do ultračisté deionizované vody byl titrován roztok tenzidu CAE o koncentraci 50 g/l. Koncentrace 50 g/l je již za hranicí rozpustnosti této povrchově aktivní látky, před měřením tak bylo nutné roztok zahřívat ve vodní lázni, až došlo k jeho úplnému rozpuštění. Vzorek byl následně nadávkován do titrační jehly, objem jednoho přídavku byl 1 μ l s celkovým počtem 38 přídavků. Měření probíhalo při konstantní teplotě 25 °C. Naměřená data byla vyhodnocena v programu Microsoft Excel tak, že byl určen inflexní bod křivky, který představuje hodnotu kritické micelární koncentrace. Kritická micelární koncentrace tenzidu CAE byla pomocí titrační kalorimetrie určena na hodnotu 2,22 g/l. Všechna naměřená data jsou uvedena v *Tabulce X 7* v Příloze. Na *Obrázku 17* můžeme vidět záznam měření.



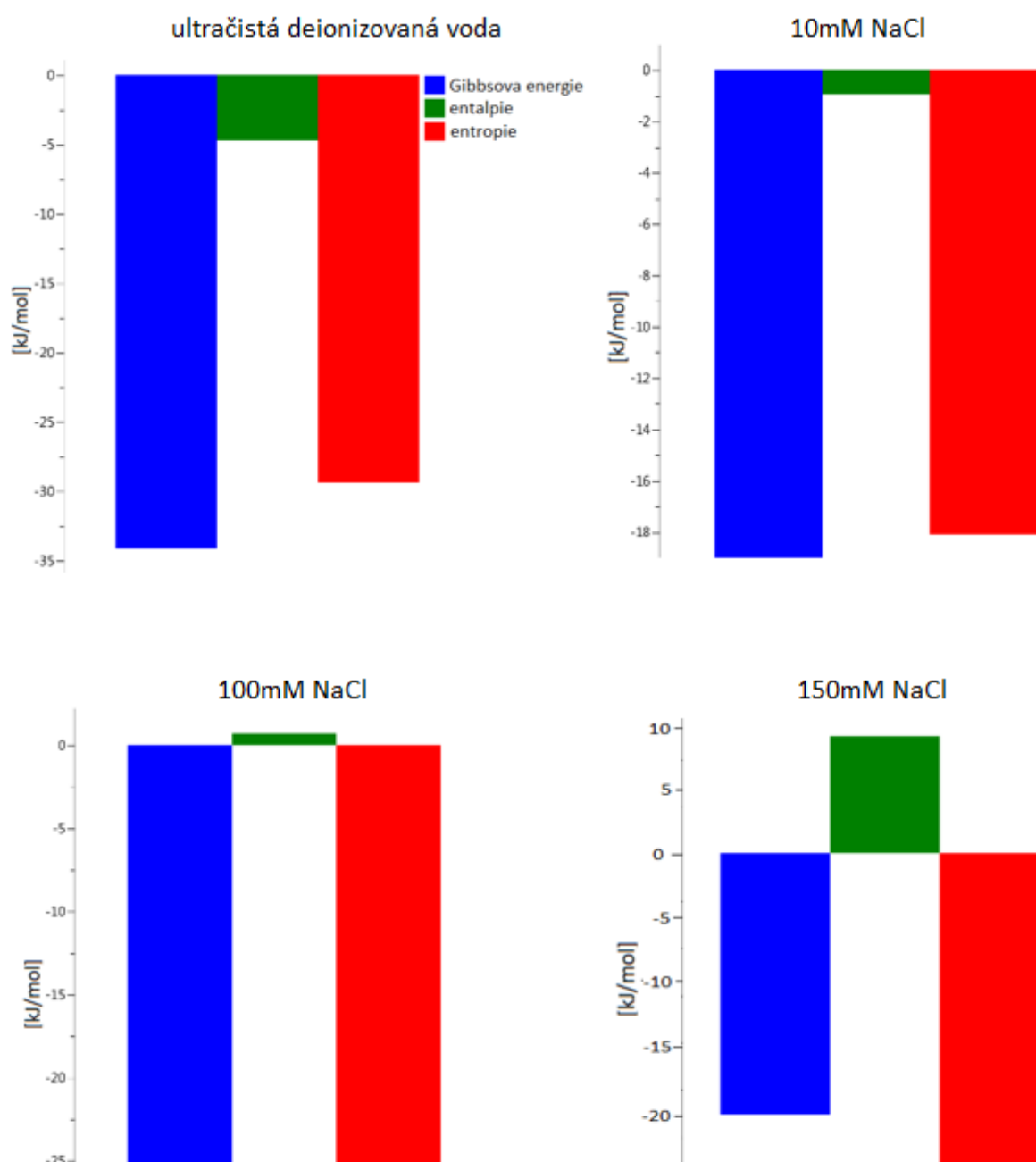
Obrázek 17: Stanovení kritické micelární koncentrace tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě pomocí kalorimetrického měření při teplotě 25 °C.

Titrace roztoků tenzidu CAE probíhaly také do prostředí 10mM NaCl, 100mM NaCl a 150mM NaCl. Bylo provedeno několik měření pro různá prostředí chloridu sodného a různé koncentrace tenzidu. Na **Obrázku 18** můžeme vidět výsledky měření titrace tenzidu CAE o koncentraci 50 g/l do ultračisté deionizované vody, titrace tenzidu CAE o koncentraci 25 g/l do 10mM NaCl, titrace tenzidu CAE o koncentraci 10 g/l do 100mM NaCl a titrace tenzidu CAE o koncentraci 6 g/l do 150mM NaCl. Z grafů je patrné, že iontová síla výrazně snižuje intenzitu měřeného signálu a má vliv na tvar titrační křivky. Z časových důvodů se však nepodařilo určit pomocí této metody kritickou micelární koncentraci v prostředích chloridu sodného. I při vysokých koncentracích tenzidu nebylo dosaženo požadovaného zlomu.



Obrázek 18: Izotermická titrační kalorimetrie, závislost kolerovaného tepla na koncentraci tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě, v 10mM NaCl, ve 100mM NaCl a ve 150mM NaCl při teplotě 25 °C.

Software umožňuje také výpočet celkové Gibbsovy energie a jednotlivých příspěvků entalpie a entropie. Z **Obrázku 19** je pro titrace do ultračisté deionizované vody, 10mM NaCl, 100mM NaCl a 150mM NaCl patrné, že s rostoucí iontovou silou narůstá příspěvek entalpického členu. Pro další experimenty by bylo vhodné měření zopakovat a případně také optimalizovat podmínky měření, například měřit při zvýšené teplotě.



Obrázek 19: Izotermická titrační kalorimetrie, celková Gibbsova energie a příspěvky entalpie a entropie pro titrace tenzidu CAE do ultračisté deionizované vody, 10mM NaCl, 100mM NaCl a 150mM NaCl při teplotě 25 °C.

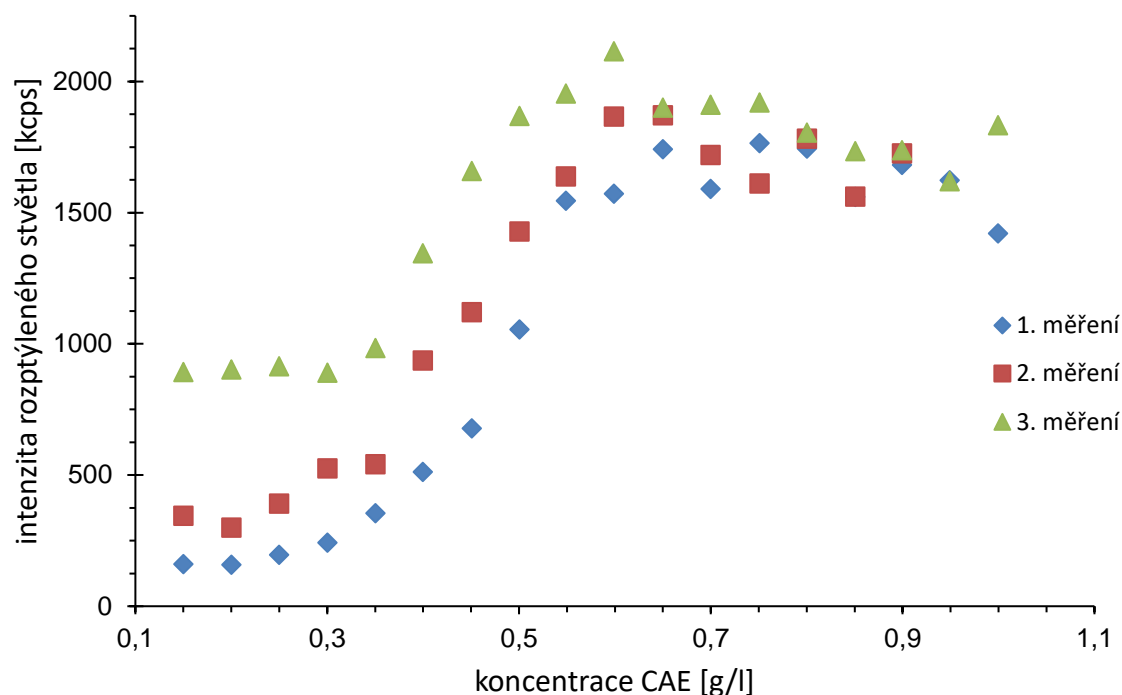
3.9.1.5 Měření intenzity rozptýleného světla

Před samotným měřením bylo nutné přístroj důkladně propláchnout etanolem a ultračistou deionizovanou vodou. V případě stanovení kritické micelární koncentrace ve vodě byl do 10 ml ultračisté deionizované vody titrován roztok CAE o koncentraci 4 g/l. Přídavky tenzidu byly nastaveny tak, aby jednotlivé body v titrační křivce byly s krokem 0,05 g/l tenzidu ve směsi. Titrace byla ukončena při dosažení koncentrace tenzidu 1,0 g/l.

Po každém přídavku tenzidu proběhly tři měření intenzity rozptylu světla. Naměřená data byla vyhodnocena pomocí programu Origin, kde byla proložena sigmoidální Boltzmannovou křivkou. Data byla následně derivována, přičemž maximum první derivace určuje inflexní bod Boltzmannovy křivky a představuje hodnotu kritické micelární koncentrace (**Tabulka 2**). Všechna naměřená data jsou uvedena v **Tabulce X 8** v *Příloze*, naměřené hodnoty byly graficky zpracovány viz **Obrázek 20**.

Tabulka 2: Hodnoty kritické micelární koncentrace tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě pro tři opakovaná měření.

	koncentrace CAE [g/l]
1. měření	0,487
2. měření	0,416
3. měření	0,487
odchylka	0,041
průměr	0,463



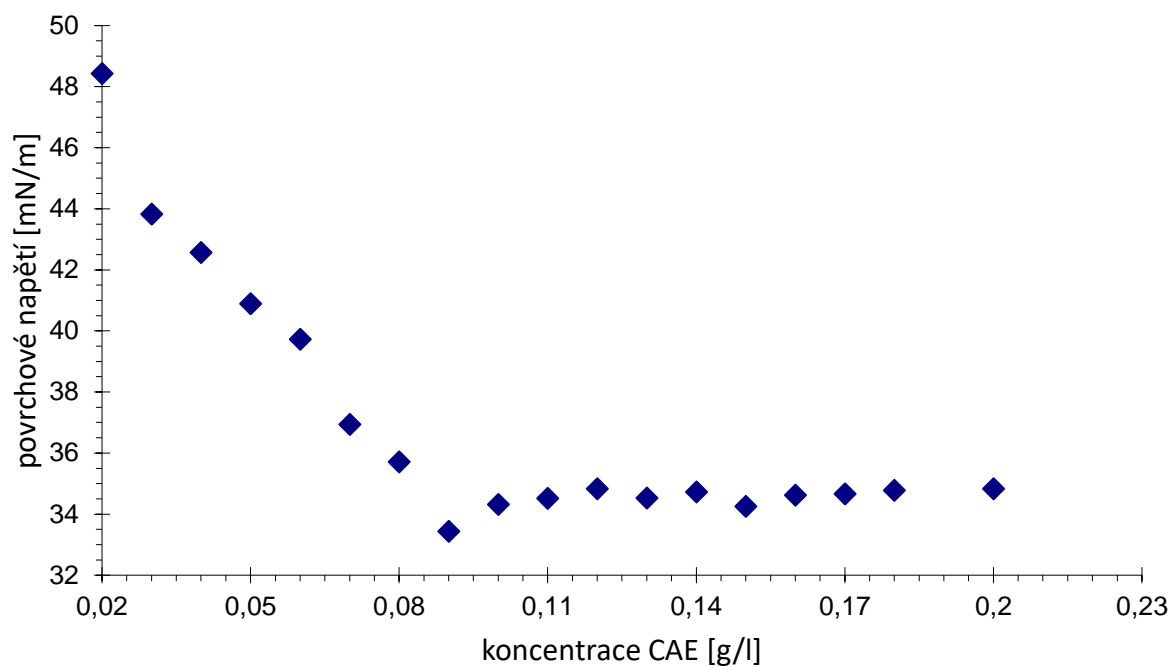
Obrázek 20: Titrační křivka, závislost intenzity rozptýleného světla na koncentraci tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě.

3.9.2 Stanovení CMC v 10mM NaCl

3.9.2.1 Měření povrchového napětí

Koncentrační řada byla připravena navážením příslušného množství tenzidu a následným doplněním roztokem 10mM NaCl na celkový objem 50 ml. Obdobně jako u vzorků tenzidu CAE ve vodě bylo pro stanovení kritické micelární koncentrace využito měření povrchového napětí, hustoty a ultrazvukové rychlosti.

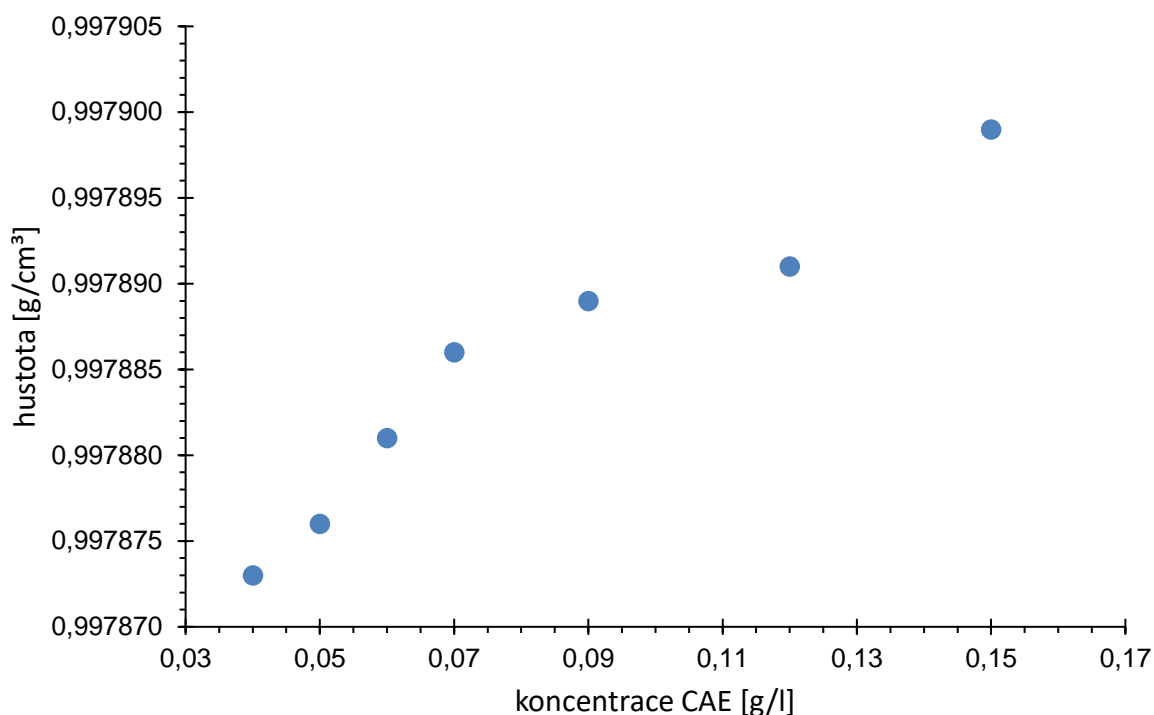
Očekávala jsem, že v roztoku NaCl bude hodnota kritické micelární koncentrace nižší než ve vodném prostředí. Tento předpoklad se měřením povrchového napětí potvrdil, viz **Obrázek 21**, kde je patrný zlom při koncentraci 0,09 g/l, tedy při koncentraci nižší než ve vodném prostředí. Naměřené hodnoty povrchového napětí jsou uvedeny v **Tabulce X 1** v *Příloze*, směrodatná odchylka je 0,381 mN/m. Každý vzorek byl proměřen dvakrát a v tabulce jsou uvedeny zprůměrované hodnoty.



Obrázek 21: Závislost velikosti povrchového napětí na koncentraci tenzidu CAE v 10mM NaCl.

3.9.2.2 Měření hustoty

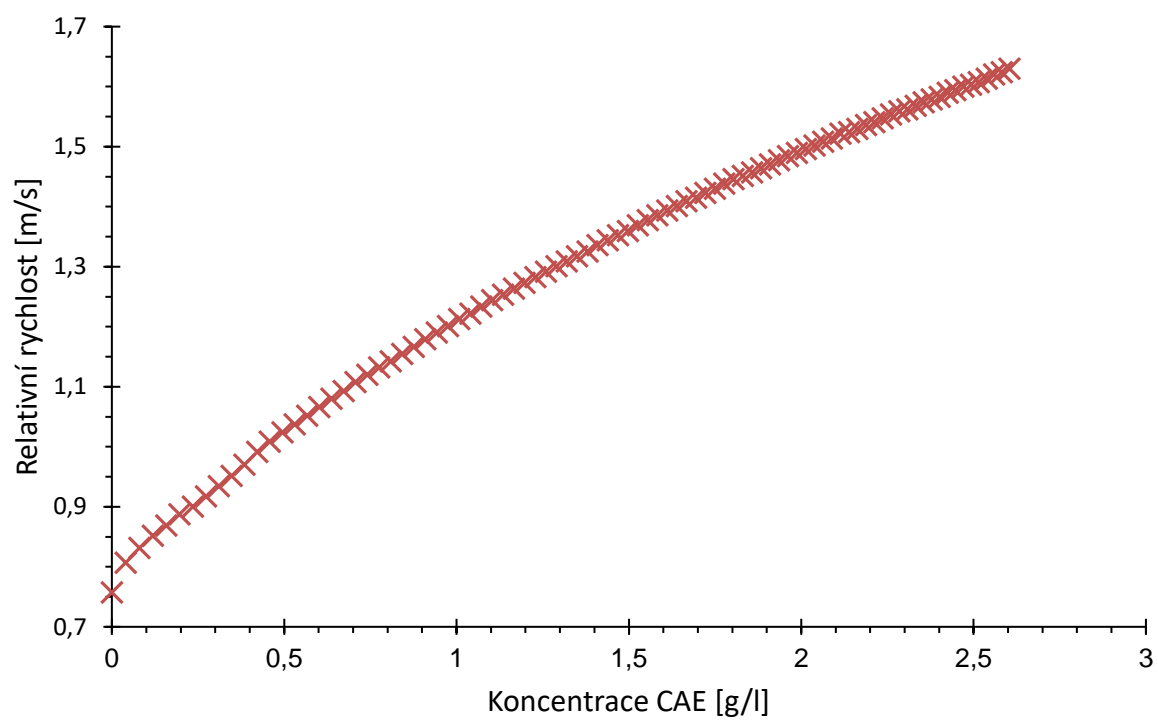
Vybrané vzorky koncentrační řady tenzidu CAE v 10mM NaCl byly proměřeny také na denzitometru DSA 5000M. **Obrázek 22** ukazuje závislost hustoty na koncentraci tenzidu, přičemž je z grafu patrné, že s rostoucí koncentrací tenzidu roste také hustota. Závislost však není zcela lineární a zlom, který představuje vznik micel v roztoku, je viditelný v očekávané oblasti. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v *Tabulce X 3* v Příloze.



Obrázek 22: Hodnoty hustoty pro tenzid CAE v roztoku 10mM NaCl při teplotě 25 °C.

3.9.2.3 Ultrazvuková rychlost

Měření v titračním režimu probíhalo tak, že byl do vody titrován tenzid CAE rozpuštěný v 10mM NaCl. Koncentrace titrovaného roztoku byla 10 g/l, objem každého přídavku byl 4 μ l a celkem bylo titrováno 90 přídavků. **Obrázek 23** znázorňuje závislost relativní rychlosti na koncentraci tenzidu. Z grafu vyplývá, že s každým dalším přídavkem tenzidu roste také relativní rychlost, z křivky však nelze jednoznačně určit kritickou micelární koncentraci.

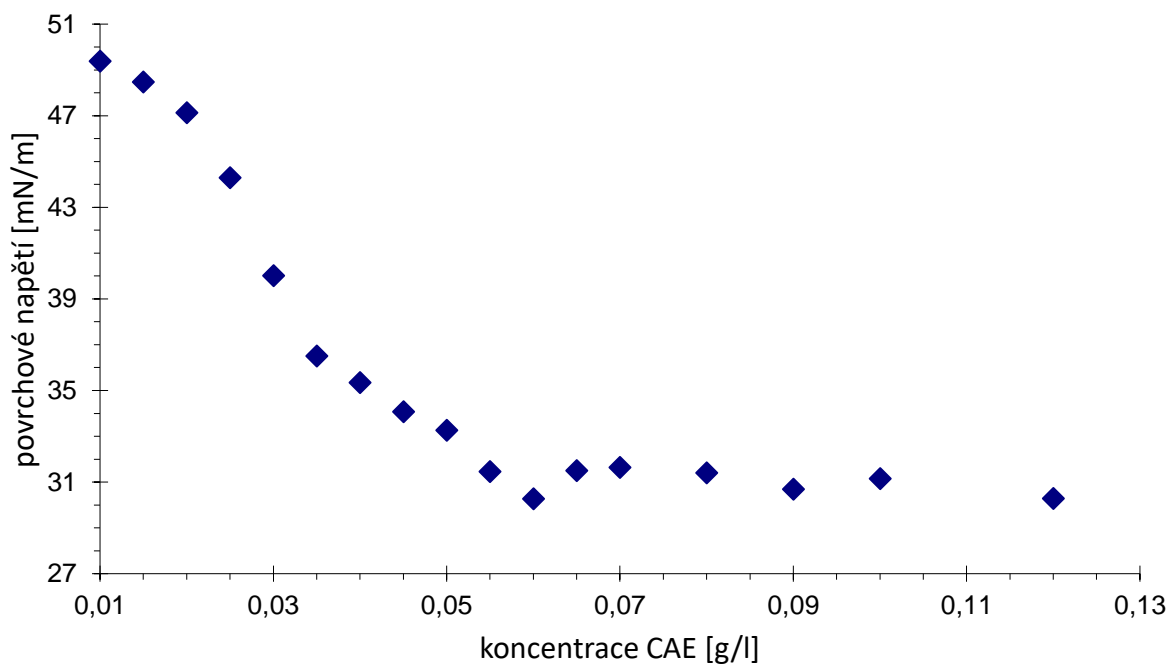


Obrázek 23: Titrační křivka, závislost relativní rychlosti na koncentraci tenzidu CAE v 10mM NaCl při teplotě 25 °C, měřeno na přístroji HRUS 102T.

3.9.3 Stanovení CMC ve 100mM NaCl

3.9.3.1 Měření povrchového napětí

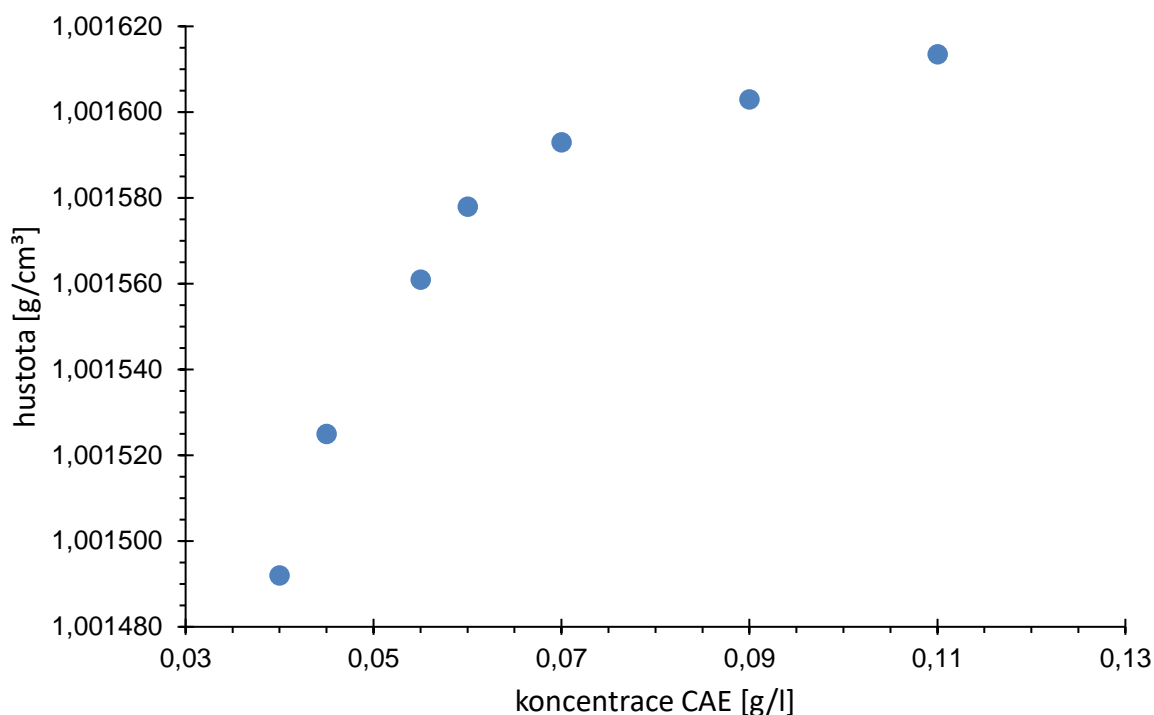
Kritická micelární koncentrace tenzidu CAE ve 100mM NaCl byla z **Obrázku 24** určena na 0,06 g/l. Vzorky byly proměřeny dvakrát, přičemž obě měření potvrdily stejnou hodnotu CMC, v **Tabulce X 2** jsou uvedeny průměrné hodnoty z těchto dvou měření, směrodatná odchylka je 0,862 mN/m.



Obrázek 24: Závislost velikosti povrchového napětí na koncentraci tenzidu CAE ve 100mM NaCl.

3.9.3.2 Měření hustoty

Naměřené hodnoty vybraných vzorků koncentrační řady jsou uvedeny v **Tabulce X 4** v *Příloze*. Data byla následně graficky zpracována (**Obrázek 25**). Měřením hustoty byla ověřena hodnota kritické micelární koncentrace.

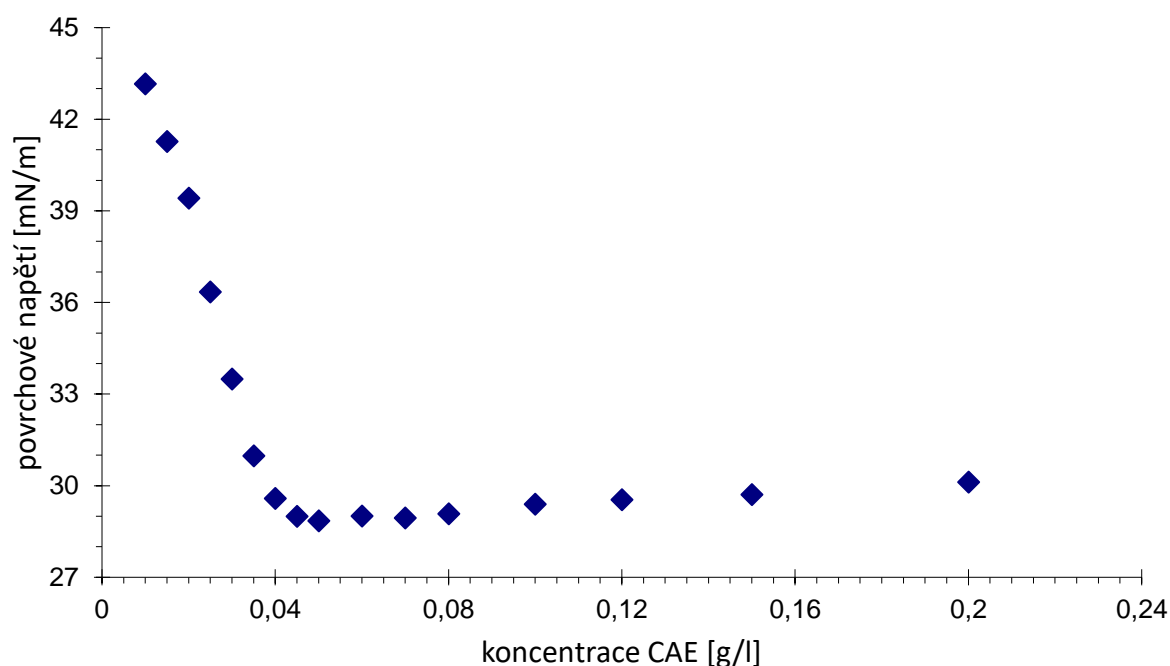


Obrázek 25: Hodnoty hustoty pro tenzid CAE v roztoku 100mM NaCl při teplotě 25 °C.

3.9.4 Stanovení CMC ve 150mM NaCl

3.9.4.1 Měření povrchového napětí

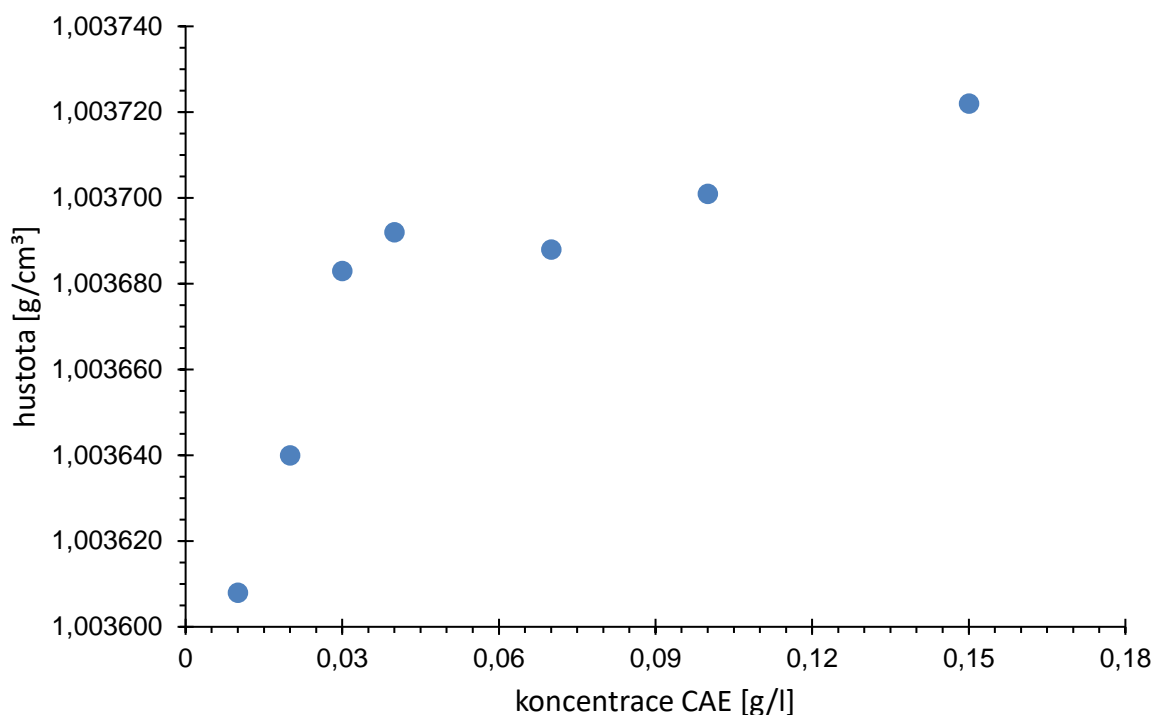
Obrázek 26 znázorňuje závislost naměřených hodnot povrchového napětí na koncentraci tenzidu CAE. Graf byl vytvořen z hodnot uvedených v *Tabulce X 2* v *Příloze*, směrodatná odchylka je 0,631 mN/m. Na základě měření můžeme vyvodit, že s rostoucí iontovou silou prostředí klesá hodnota kritické micelární koncentrace. Zatímco v roztoku 10mM NaCl byla kritická micelární koncentrace tenzidu stanovena na 0,09 g/l, v prostředí 150mM NaCl byla stanovena na 0,04 g/l. Hodnota kritické micelární koncentrace tenzidu CAE ve 150mM NaCl je tedy 10x nižší než ve vodném prostředí.



Obrázek 26: Závislost velikosti povrchového napětí na koncentraci tensidu CAE ve 150mM NaCl.

3.9.4.2 Měření hustoty

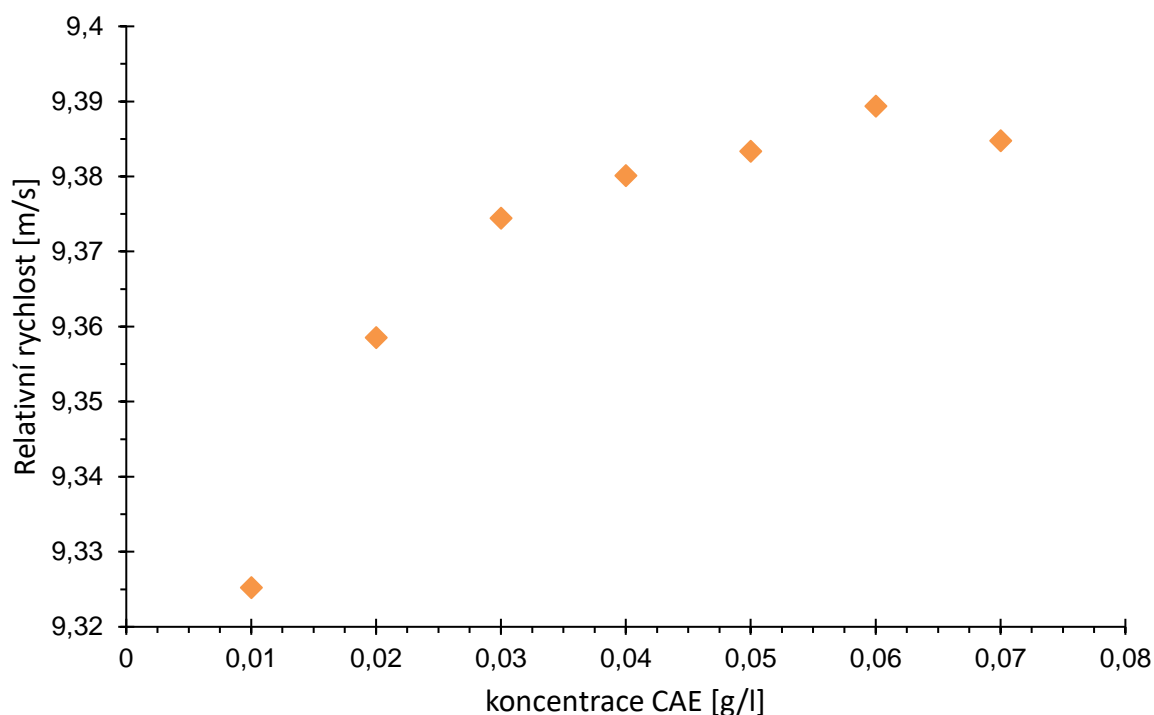
Měřením hustoty vzorků tensidu CAE ve 150mM NaCl byla stanovena kritická micelární koncentrace tohoto tensidu. Na **Obrázku 27** můžeme pozorovat výrazný zlom při koncentraci 0,04 g/l. Měření hustoty na denzitometru tedy potvrzuje hodnotu kritické micelární koncentrace stanovenou měřením povrchového napětí. Z měření hustoty tensidu CAE ve všech čtyřech prostředích je zřejmé, že s rostoucí iontovou silou roste také hustota. U vody odpovídá kritická micelární koncentrace hustotě $0,997148 \text{ g/cm}^3$, v prostředí 150mM NaCl hustotě $1,003692 \text{ g/cm}^3$. Veškeré naměřené hodnoty hustoty jsou uvedeny v **Tabulce X 4** v Příloze.



Obrázek 27: Hodnoty hustoty pro tenzid CAE v roztoku 150mM NaCl při teplotě 25 °C.

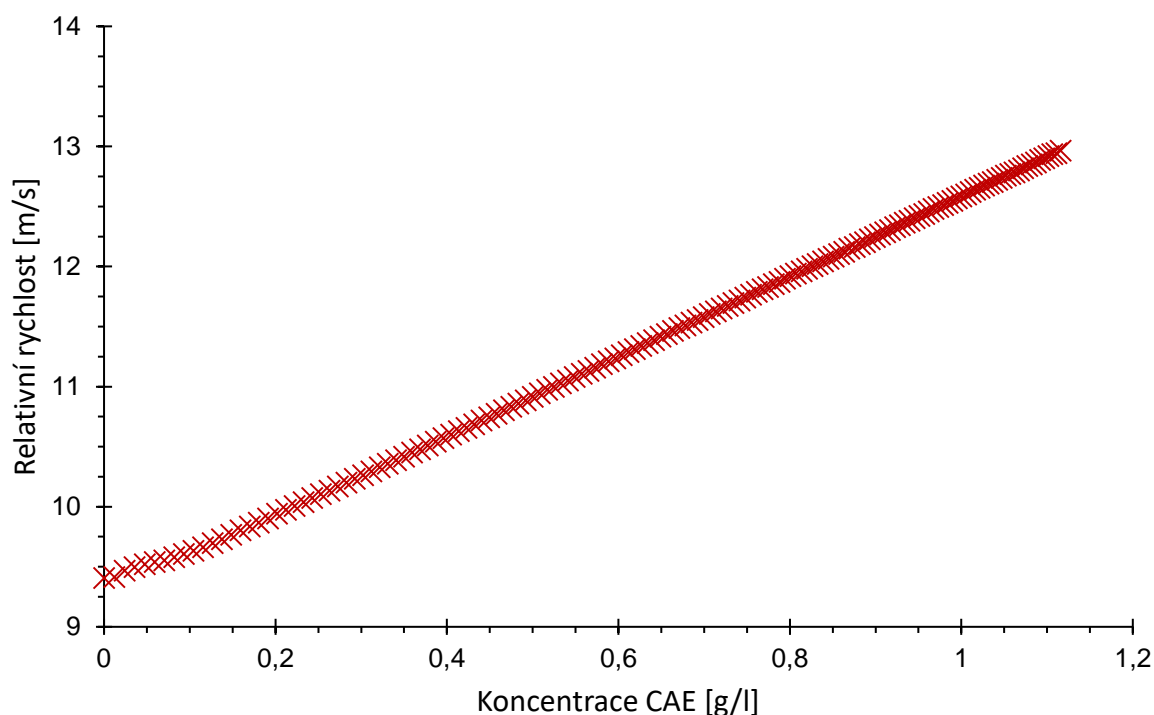
3.9.4.3 Ultrazvuková rychlost

Při měření ultrazvukové rychlosti byla měřena koncentrační řada tenzidu CAE ve 150mM NaCl při konstantní teplotě 25 °C. Vzorky byly postupně měřeny od nejnižší koncentrace po nejvyšší. Všechny naměřené hodnoty jsou uvedeny v **Tabulce X 6** v *Příloze*. Při měření ultrazvukové rychlosti tenzidu CAE ve vodě byl zlom viditelný při koncentraci tenzidu 0,4g/l. V prostředí 150mM NaCl byl zlom očekáván při přibližně 10x nižší koncentraci tenzidu. Z **Obrázku 28** je patrné, že se tento předpoklad potvrdil. Zlom představuje hledanou kritickou micelární koncentraci.



Obrázek 28: Závislost průměrné relativní rychlosti na koncentraci tenzidu CAE ve 150mM NaCl při teplotě 25 °C, měřeno na přístroji HRUS 102.

Před měřením v titračním režimu byl připraven vzorek rozpuštěním potřebného množství tenzidu CAE ve 150mM NaCl tak, aby výsledná koncentrace roztoku byla 10 g/l. Vzorek byl pomocí automatického titrátoru titrován do cely naplněné ultračistou deionizovanou vodou. Objem jednoho přídavku byl 4 μ l s celkovým počtem 90 přídavků. **Obrázek 29** ukazuje závislost relativní rychlosti na koncentraci tenzidu. S každým přídavkem tenzidu relativní rychlost konstantě narůstá, závislost je takřka lineární. Z naměřených dat není možné určit kritickou micelární koncentraci tenzidu CAE. Domnívám se, že tenzid CAE není čistá homogenní látka, pravděpodobně se jedná o směs tenzidů. Z toho důvodu nemusí být patrný jednoznačný zlom.



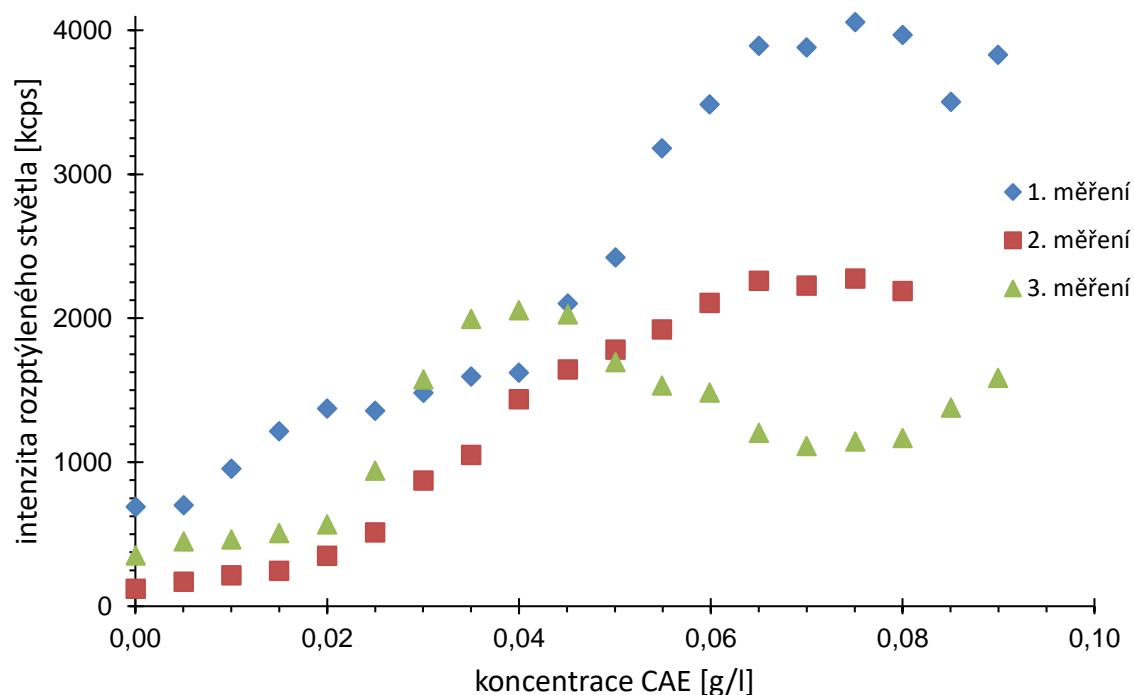
Obrázek 29: Titrační křivka, závislost relativní rychlosti na koncentraci tenzidu CAE ve 150mM NaCl při teplotě 25 °C, měřeno na přístroji HRUS 102T.

3.9.4.4 Měření intenzity rozptýleného světla

Pro stanovení kritické micelární koncentrace ve 150mM NaCl byl do 10 ml roztoku 150mM NaCl titrován roztok CAE o koncentraci 0,4 g/l. Titrace byla ukončena při dosažení koncentrace tenzidu 0,1 g/l. Celkem byla provedena tři měření, naměřené hodnoty jsou uvedeny v *Tabulce X 9* v *Příloze*. Data byla vyhodnocena pomocí programu Origin a byla vyhodnocena také graficky viz *Obrázek 30*. Hodnoty kritické micelární koncentrace pro tři opakovaná měření jsou uvedeny v *Tabulce 6*.

Tabulka 6: Hodnoty kritické micelární koncentrace tenzidu CAE ve 150mM NaCl pro 3 opakovaná měření.

	koncentrace CAE [g/l]
1. měření	0,052
2. měření	0,039
3. měření	0,027
odchylka	0,013
průměr	0,039



Obrázek 30: Titrační křivka, závislost intenzity rozptýleného světla na koncentraci tenzidu CAE ve 150mM NaCl.

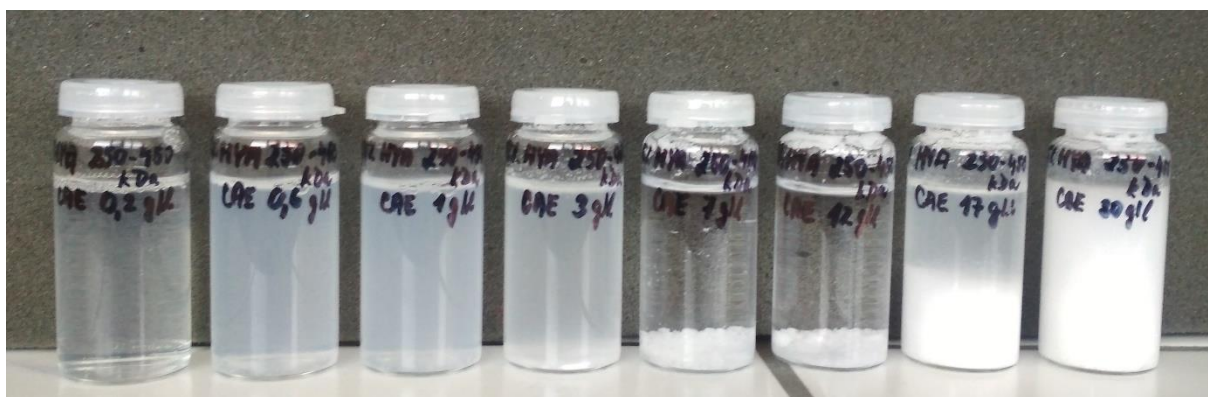
3.9.5 Interakce tenzidu CAE s kyselinou hyaluronovou

Vzorky byly připraveny metodou suché cesty tak, že se do skleněných vialek navážilo potřebné množství tenzidu CAE a potřebné množství kyseliny hyaluronové a do každé vialky bylo následně napipetováno 10 ml ultračisté deionizované vody. Vzorky se nechaly na třepačce po dobu 24 hodin a pozoroval se vzniklý gel.

Byly použity dvě různé molekulové hmotnosti kyseliny hyaluronové (250-450 kDa a 1400-1600 kDa) a dvě koncentrace kyseliny hyaluronové (0,5 hm. % a 2 hm. %). Smícháním tenzidu s polymerem vznikly čtyři koncentrační řady, přičemž výsledné koncentrace tenzidu CAE ve vzorcích byly 0,2 g/l; 0,6 g/l; 1 g/l; 3 g/l; 7 g/l; 12 g/l; 17 g/l a 30 g/l.

Tabulka 7: Vizuální pozorování gelové fáze a supernatantů roztoků tenzidu CAE a 0,5% kyseliny hyaluronové o molekulové hmotnosti 250-450 kDa.

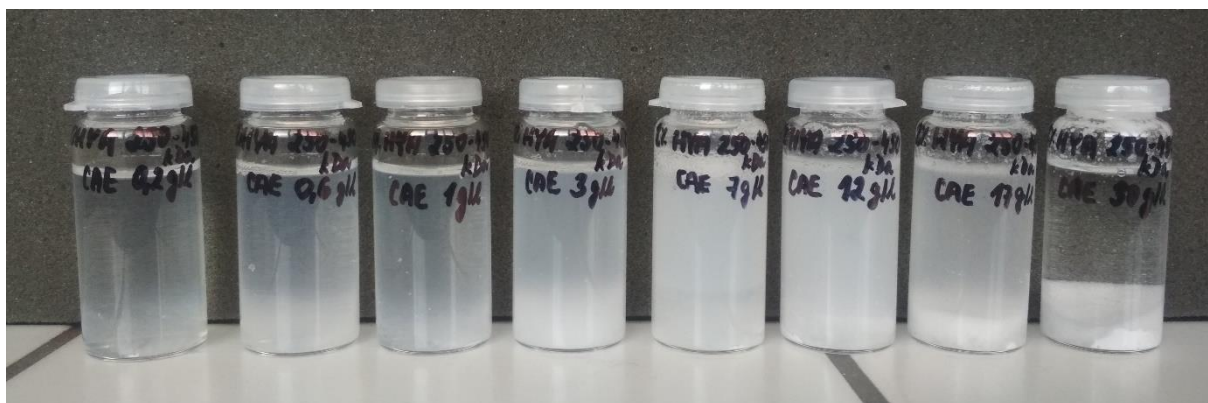
0,5% kyselina hyaluronová 250-450 kDa	
koncentrace CAE	výsledky vizuálního pozorování
0,2	tenzid zcela rozpuštěný, nevznikala gelová fáze, roztok čirý v celém objemu
0,6	na dně nerozpuštěný tenzid, nevznikala gelová fáze, supernatant zakalený
1,0	na dně nerozpuštěný tenzid, nevznikala gelová fáze, supernatant zakalený
3,0	na dně větší množství nerozpuštěného tenzidu, nevznikala gelová fáze, supernatant zakalený
7,0	nerozpuštěný tenzid ve formě velkých vloček, nevznikala gelová fáze, supernatant čirý
12,0	nerozpuštěný tenzid ve formě velkých vloček, nevznikala gelová fáze, supernatant čirý
17,0	na dně usazený nerozpuštěný tenzid, nevznikala gelová fáze, supernatant zakalený
30,0	na dně usazený nerozpuštěný tenzid, nevznikala gelová fáze, supernatant bíle zakalený



Obrázek 31: Interakce tenzidu CAE s 0,5% kyselinou hyaluronovou o molekulové hmotnosti 250-450 kDa, vzorky připraveny suchou cestou.

Tabulka 8: Vizuální pozorování gelové fáze a supernatantů roztoků tenzidu CAE a 2% kyseliny hyaluronové o molekulové hmotnosti 250-450 kDa.

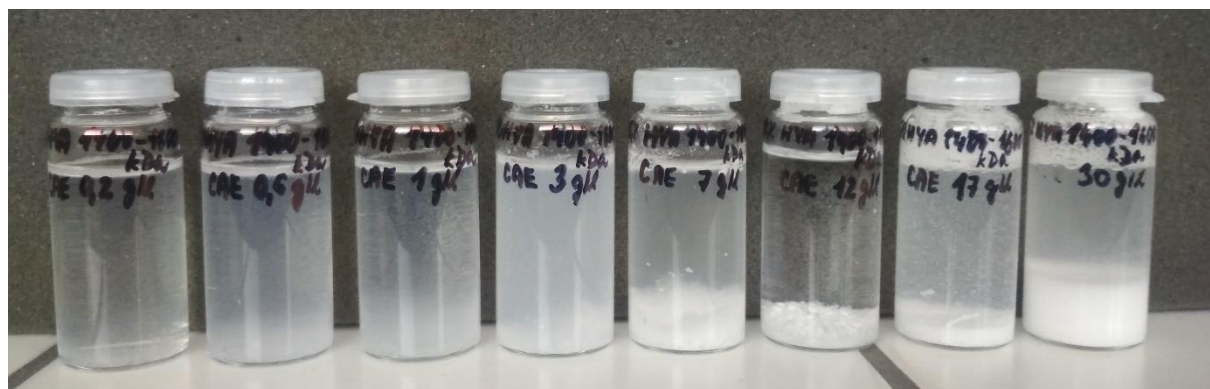
2% kyselina hyaluronová 250-450 kDa	
koncentrace CAE	výsledky vizuálního pozorování
0,2	na dně nerozpuštěný tenzid, ve spodní části malé množství gelové fáze, supernatant čirý
0,6	ve spodní části malé množství kalné gelové fáze, supernatant zakalený
1,0	na dně značné množství nerozpuštěného tenzidu, ve spodní části gelová fáze, supernatant zakalený
3,0	ve spodní části gelová fáze s nerozpuštěným tenzidem, supernatant zakalený
7,0	gelová fáze i supernatant bíle zakalený
12,0	na dně usazený nerozpuštěný tenzid, gel nevznikal, supernatant zakalený
17,0	na dně usazený nerozpuštěný tenzid, gel nevznikal, supernatant zakalený
30,0	na dně usazený tenzid ve formě velkých vloček, gel nevznikal, supernatant čirý



Obrázek 32: Interakce tenzidu CAE s 2% kyselinou hyaluronovou o molekulové hmotnosti 250-450 kDa, vzorky připraveny suchou cestou.

Tabulka 9: Vizuální pozorování gelové fáze a supernatantů roztoků tenzidu CAE a 0,5% kyseliny hyaluronové o molekulové hmotnosti 1400-1600 kDa.

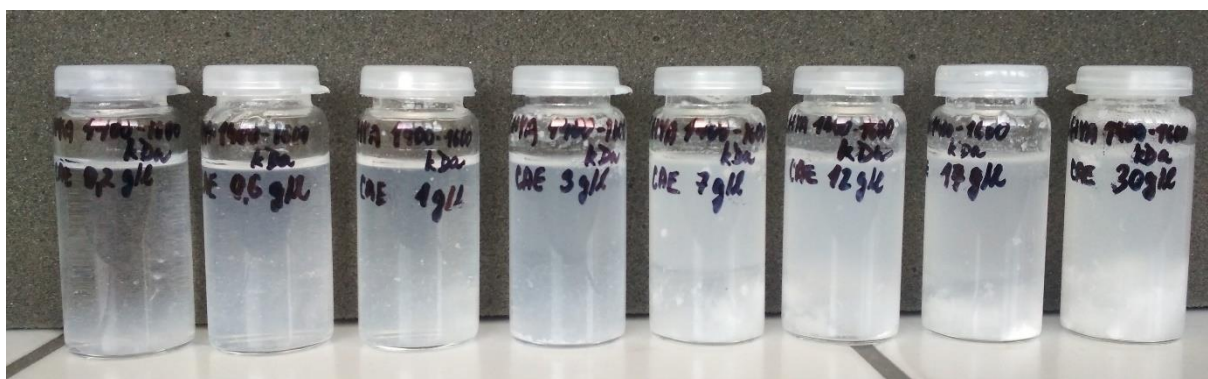
0,5% kyselina hyaluronová 1400-1600 kDa	
koncentrace CAE	výsledky vizuálního pozorování
0,2	tenzid zcela rozpuštěný, ve spodní části malé množství gelové fáze, supernatant čirý
0,6	na dně část nerozpuštěného tenzidu, ve spodní části malé množství zakalené gelové fáze, supernatant zakalený
1,0	na dně část nerozpuštěného tenzidu, ve spodní části malé množství zakalené gelové fáze, supernatant zakalený
3,0	na dně značné množství nerozpuštěného tenzidu, gelová fáze nevznikala, supernatant mléčně zakalený
7,0	na dně usazený tenzid ve formě velkých vloček, gelová fáze nevznikala, supernatant zakalený
12,0	na dně usazený tenzid ve formě velkých vloček, gelová fáze nevznikala, supernatant čirý
17,0	usazený nerozpuštěný tenzid, gelová fáze nevznikala, supernatant zakalený
30,0	usazený nerozpuštěný tenzid, gelová fáze nevznikala, supernatant zakalený



Obrázek 33: Interakce tenzidu CAE s 0,5% kyselinou hyaluronovou o molekulové hmotnosti 1400-1600 kDa, vzorky připraveny suchou cestou.

Tabulka 10: Vizuální pozorování gelové fáze a supernatantů roztoků tenzidu CAE a 2% kyseliny hyaluronové o molekulové hmotnosti 1400-1600 kDa.

2% kyselina hyaluronová 1400-1600 kDa	
koncentrace CAE	výsledky vizuálního pozorování
0,2	na dně usazený tenzid, ve spodní části gelová fáze, supernatant čirý
0,6	na dně usazený tenzid, ve spodní části gelová fáze, supernatant zakalený
1,0	na dně usazený tenzid, ve spodní části gelová fáze, supernatant zakalený
3,0	nerozpuštěný tenzid, ve spodní části gelová fáze, supernatant zakalený
7,0	velké množství nerozpuštěného tenzidu, gelová fáze ve spodní části i supernatant mléčně zakalený
12,0	velké množství nerozpuštěného tenzidu, ve spodní části gelová fáze, supernatant zakalený
17,0	velké množství nerozpuštěného tenzidu, ve spodní části gelová fáze, supernatant zakalený
30,0	na dně značné množství nerozpuštěného tenzidu, gelová fáze ve spodní části i supernatant mléčně zakalený



Obrázek 34: Interakce tenzidu CAE s 2% kyselinou hyaluronovou o molekulové hmotnosti 1400-1600 kDa, vzorky připraveny suchou cestou.

Příprava gelů suchou cestou se v tomto případě ukázala jako nevhodná metoda. Při zalití tenzidu a polymeru vodou vznikl okamžitě hustý gel kyseliny hyaluronové, který zamezil kontaktu tenzidu s vodou a nemohlo tak dojít k jeho rozpuštění. Na dně vialek tak zůstávalo i po 24 hodinách na třepačce značné množství nerozpuštěného tenzidu ve formě prášku a koncentrace povrchově aktivní látky tak nebyla v celém objemu stejná. Na základě této skutečnosti tedy nemůžeme určit, zda tenzid při interakcích s kyselinou hyaluronovou přispívá k tvorbě gelů či nikoli. Z časových důvodů již neproběhly další experimenty, bylo by však vhodné připravit gely také mokrou cestou, tedy připravit si zásobní roztoky kyseliny

hyaluronové a tenzidu a smíchat oba roztoky v poměru 1:1. Pokud by při přípravě gelů mokrou cestou byl nadále problém s rozpustností tenzidu, bylo by vhodné místo ultračisté deionizované vody jako rozpouštědla použít roztok chloridu sodného, například 150mM NaCl.

4 ZÁVĚR

Bakalářská práce se zabývala charakterizací tenzidu CAE. Tato povrchově aktivní látka nebyla do současné doby příliš prozkoumána a nebyla známa kritická micelární koncentrace tohoto tenzidu. Pomocí ultrazvukové spektroskopie s vysokým rozlišením, tenziometrie, denzitometrie, izotermální titrační kalorimetrie a měření intenzity rozptýleného světla na přístroji Zetasizer Nano ZS byla určena kritická micelární koncentrace tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě a v prostředí 10mM NaCl, 100mM NaCl a 150mM NaCl.

Při přípravě jednotlivých vzorků tenzidu CAE byl velký problém s rozpustností. V některých případech nedocházelo vůbec k rozpuštění tenzidu, vzorky zůstávaly zakalené i po několikanásobném míchání na míchačce, u některých vzorků docházelo po rozpuštění k opětovnému vysrážení tenzidu. V případě, že měření vyžadovalo vysokou koncentraci tenzidu, byly vzorky zahřívány ve vodní lázni, dokud nedošlo k úplnému rozpuštění. Domnívám se, že problémy s rozpustností by mohly být způsobeny tím, že tenzid není zcela čistý. Pravděpodobně se jedná o nehomogenní směs více tenzidů.

Pomocí ultrazvukové spektroskopie s vysokým rozlišením byly měřeny vzorky tenzidu CAE v kinetickém a titračním režimu při konstantní teplotě 25 °C. Metoda je velice citlivá, při měření v kinetickém režimu byl s každým přidavkem tenzidu patrný nárůst relativní ultrazvukové rychlosti a z grafického zpracování naměřených dat bylo možné na základě výrazného zlomu určit kritickou micelární koncentraci. Při měření v titračním režimu byla závislost relativní rychlosti na koncentraci tenzidu prakticky lineární a nedala se tak kritická micelární koncentrace jednoznačně určit.

Na základě měření ultrazvukové rychlosti, povrchového napětí a hustoty byla v ultračisté deionizované vodě určena kritická micelární koncentrace tenzidu CAE na hodnotu 0,4 g/l. Měřením intenzity rozptylu světla byla CMC stanovena na hodnotu 0,463 g/l a měřením na kalorimetru MicroCal PEAQ-ITC na hodnotu 2,22 g/l. Odlišná hodnota CMC získaná izotermální titrační kalorimetrií může být způsobena vysokou citlivostí této metody, případně také vlastnostmi tenzidu CAE, zejména pak jeho čistotou.

V prostředí 10mM NaCl byla CMC tenzidu CAE určena na hodnotu 0,09 g/l, v prostředí 100mM NaCl na hodnotu 0,06 g/l a v prostředí 150mM NaCl na hodnotu 0,04 g/l. Z výsledků je patrné, že s rostoucí iontovou silou klesá hodnota kritické micelární koncentrace. Zároveň platí, že hodnota CMC ve 150mM NaCl je přibližně 10x nižší než v ultračisté deionizované vodě.

Dále byly zkoumány interakce tenzidu CAE s kyselinou hyaluronovou. Při přípravě vzorků byly použity dvě molekulové hmotnosti kyseliny hyaluronové a všechny vzorky byly

připraveny suchou cestou, tedy navážením potřebného množství tenzidu a kyseliny hyaluronové a zalitím příslušným množstvím ultračisté deionizované vody. Po 24 hodinách na třepačce nebyl tenzid dostatečně rozpuštěný, a to hlavně z důvodu, že po zalití vodou vznikala na dně vialky hustý gel kyseliny hyaluronové, který znemožnil další rozpouštění tenzidu. Suchá cesta se tedy ukázala jako nevhodná metoda pro přípravu těchto gelů, z připravených vzorků nebylo možné určit vliv tenzidu CAE na vznik gelů.

V bakalářské práci bylo dosaženo všech vytyčených cílů. Tenzid CAE byl prozkoumán a charakterizován na základě měření povrchového napětí, hustoty, ultrazvukové rychlosti a intenzity rozptýleného světla. Byla stanovena kritická micelární koncentrace této povrchově aktivní látky v ultračisté deionizované vodě a v prostředí 10mM NaCl, 100mM NaCl a 150mM NaCl. Dále byly prozkoumány vzájemné interakce tohoto tenzidu s kyselinou hyaluronovou. V dalších experimentech by bylo vhodné proměřit více vzorků tenzidu CAE v prostředí chloridu sodného na izotermálním titračním kalorimetru, neboť tato metoda je vhodná a velice citlivá pro stanovení kritické micelární koncentrace. V další práci by bylo možné také více prozkoumat interakce tenzidu CAE s různými polymery a pro přípravu gelů vyzkoušet také mokrou formu.

5 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] ŠMIDRKAL, Jan. Tenzidy a detergenty dnes. *Chemické listy*. 1999, (93), 421-427. ISSN 1213-7103.
- [2] HOLMBERG, Krister, Bo JÖNSSON, Bengt KRONBERG a Björn LINDMAN. *Surfactants and Polymers in Aqueous Solution*. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, 2002. ISBN 0-471-49883-1.
- [3] BARTOVSKÁ, Lidmila a Marie ŠIŠKOVÁ. *Fyzikální chemie povrchů a koloidních soustav* [online]. Praha: VŠCHT Praha, 2005 [cit. 2019-04-04]. ISBN 80-7080-579-X. Dostupné z: http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_isbn-80-7080-579-X/pages-img/obalka-1.html
- [4] MÜLLEROVÁ, Martina, Marek ŠVÁB a Manuela MOREIRA DOS SANTOS. Měření kritických micelárních koncentrací tenzidů ve vodných roztocích. *Chemické listy*. 2007, (101), 509-514. ISSN 0009-2770.
- [5] MYERS, Drew. *Surfactant science and technology*. 3rd ed. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, 2006. ISBN 13978-0-471-68024-6.
- [6] CAE: Amino Acid Based Cationic Surfactant. Tokyo, Japonsko, 2016. Dostupné z: http://www.aminoscience.com.br/cosmeticos/tensoativos/CAE-E160201_nomark.pdf
- [7] XIA, Jiding. *Protein-Based Surfactants: Synthesis: Physicochemical Properties, and Applications*. New York: Marcel Dekker, 2001, s. 275. ISBN 0-8247-0004-X.
- [8] NEČAS, J., L. BARTOŠÍKOVÁ, P. BRAUNER a J KOLÁŘ. Hyaluronic acid (hyaluronan): a review. *Veterinární Medicína*. Praha, 2008, 53(8), 397-411. ISSN 1805-9392.
- [9] SVANOVSKÝ, E. Fyziologie a farmakologie kyseliny hyaluronové. *Česká a slovenská farmacie*. 2007, 56(6), 264-268. ISSN 1210-7816.
- [10] ALBERTS, Bruce. *Základy buněčné biologie: úvod do molekulární biologie buňky*. Ústí nad Labem: Espero, 1998. ISBN 80-902-9060-4.
- [11] PAPAKONSTANTINOOU, Elen, Michael ROTH a George KARAKIULAKIS. Hyaluronic acid, A key molecule in skin aging. *Dermato-Endocrinology*. 2012, 4(3), 253-258. DOI: 10.4161/derm.21923. ISSN 1938-1980.
- [12] SLÍVA, Jiří a Juraj MINÁRIK. Hyaluronát – nejen pasivní pozorovatel, nýbrž aktivní modulátor imunitních reakcí. *New EU Magazine of Medicine* [online]. 2009, 4(1-2), 75-79 [cit. 2019-04-09]. Dostupné z: http://www.neumm.cz/public/img/neumm_09_1-2/pdf/sliva_minarik_hyaluronat.pdf
- [13] BUCKIN, Vitaly. High-resolution ultrasonic spectroscopy. *Journal of Sensors and Sensor Systems*. 2018, 7, 207-217. ISSN 2194-8771.
- [14] BUCKIN, Vitaly, Breda O'DRISCOLL a Cormac SMYTH. Ultrasonic spectroscopy for material analysis. Recent advances. *Spectroscopy Europe*. 2003, 15(1), 20-25. ISSN 09660941.

- [15] SMYTH, Cormac, Breda O'DRISCOLL a Jayne LAWRENCE. High-Resolution Ultrasonic Spectroscopy: Analysis of Microemulsions. *Spectroscopy* [online]. 2005, 20(2), 34-39 [cit. 2019-04-13]. Dostupné z: <https://pdfs.semanticscholar.org/349f/a15c5c8e6ea8cd2a312183bed88bea619ac5.pdf>
- [16] JÄGER, Markus, Udo KAATZE, Evgeny KUDRYASHOV, Breda O'DRISCOLL a Vitaly BUCKIN. New Capabilities of HighResolution Ultrasonic Spectroscopy: Titration Analysis. *Spectroscopy* [online]. 20(10), 21-26 [cit. 2019-04-13]. Dostupné z: <http://www.spectroscopyonline.com/new-capabilities-high-resolution-ultrasonic-spectroscopy-titration-analysis?id=&pageID=1&sk=&date=>
- [17] FORTIN, Tara J., Arno LAESECKE, Malte FREUND a Stephanie OUTCALT. Advanced calibration, adjustment, and operation of a density and sound speed analyzer. *The Journal of Chemical Thermodynamics*. 2013, 57, 276-285. ISSN 0021-9614.
- [18] BERI, Aashima, Parampaul K. BANIPAL a Tarlok S. BANIPAL. Effect of potassium chloride on the solvation behavior of caffeine, theophylline and theobromine: Volumetric, viscometric, calorimetry and spectroscopic approach. *Food Chemistry*. 2018, 266, 110-118. ISSN 0308-8146.
- [19] Anton Paar GmbH, *DSA 5000 Specifications*, [online]. [cit. 2019-04-14]. Dostupné z: <https://www.anton-paar.com/us-en/products/group/density-meter/#Specifications>
- [20] Anton Paar GmbH, *DSA 5000 Density and Sound Velocity Analyzer Instruction Manual*. Anton Paar Graz, 2003.
- [21] EBNESAJJAD, Sina a Arthur H. LANDROCK. *Adhesives technology handbook* [online]. Third edition. Boston: Elsevier/WA, William Andrew is an imprint of Elsevier, 2015, s. 19-28 [cit. 2019-04-15]. ISBN 9780323355957. Dostupné z: <https://www.elsevier.com/books/adhesives-technology-handbook/ebnesajjad/978-0-323-35595-7>
- [22] JIRSÁK, Oldřich a Klára KALINOVÁ. *Netkané textilie*. Liberec: Technická univerzita, 2003. ISBN 80-708-3746-2.
- [23] KORENKO, Michal a František ŠIMKO. Measurement of Interfacial Tension in Liquid-Liquid High-Temperature Systems. *Journal of Chemical & Engineering Data* [online]. 2010, 55, 4561-4573 [cit. 2019-04-15]. ISSN 0021-9568. Dostupné z: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/jc1004752>
- [24] TRTEK, J. Interakce hyaluronanu s tenzidem CAE . Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2018. 75 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Andrea Kargerová, Ph.D..
- [25] KARGEROVÁ, Andrea a Miloslav PEKAŘ. High-Resolution Ultrasonic Spectroscopy Study of Interactions between Hyaluronan and Cationic Surfactants. *Langmuir*. 2014, 30(40), 11866-11872. DOI: 10.1021/la501852a. ISSN 0743-7463. Dostupné z: <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/la501852a>
- [26] JARÁBKOVÁ, S. Hydrogely na bázi kladně nabitých polyelektrolytů. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2016. 91 s. Vedoucí diplomové práce prof. Ing. Miloslav Pekař, CSc.

6 SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK

pH	Záporný dekadický logaritmus aktivity oxoniových iontů
CMC	Kritická micelární koncentrace
CAE	Kationaktivní tenzid jehož vlastnosti jsou měřeny v experimentální části
Da	Dalton, atomová hmotnostní jednotka
MDa	1 MDa = 1 000 000 Da
UV-VIS	Ultrafialovo-viditelná spektroskopie
°C	Odvozená jednotka teploty
N	Newton, jednotka síly
N/m	Jednotka povrchového napětí
M	Jednotka molární koncentrace, mol·l ⁻¹
g/l	Jednotka koncentrace
Hz	Hertz, jednotka frekvence
HRUS	Z anglického high resolution ultrasonic spectroscopy = ultrazvuková spektroskopie s vysokým rozlišením

7 PŘÍLOHY

Tabulka X 1: Naměřené hodnoty povrchového napětí – ultračistá deionizovaná voda, 10mM NaCl.

vodné prostředí		10mM NaCl	
koncentrace CAE [g/l]	povrchové napětí [mN/m]	koncentrace CAE [g/l]	povrchové napětí [mN/m]
0,10	41,630	0,02	48,436
0,12	40,536	0,03	43,834
0,15	40,658	0,04	42,572
0,17	40,222	0,05	40,891
0,20	40,024	0,06	39,734
0,22	37,955	0,07	36,947
0,25	36,659	0,08	35,715
0,27	35,658	0,09	33,437
0,30	35,182	0,10	34,317
0,32	33,729	0,11	34,519
0,35	31,721	0,12	34,833
0,37	31,316	0,13	34,529
0,40	30,119	0,14	34,728
0,45	30,496	0,15	34,257
0,50	30,267	0,16	34,628
0,60	30,883	0,17	34,672
0,70	30,813	0,18	34,778
0,80	31,034	0,2	34,835
0,90	31,911		

Tabulka X 2: Naměřené hodnoty povrchového napětí – 100mM NaCl, 150mM NaCl.

100mM NaCl		150mM NaCl	
koncentrace CAE [g/l]	povrchové napětí [mN/m]	koncentrace CAE [g/l]	povrchové napětí [mN/m]
0,010	49,383	0,010	43,164
0,015	48,471	0,015	41,271
0,020	47,137	0,020	39,422
0,025	44,303	0,025	36,349
0,030	40,012	0,030	33,491
0,035	36,513	0,035	30,980
0,040	35,356	0,040	29,587
0,045	34,075	0,045	29,003
0,050	33,267	0,050	28,855
0,055	31,462	0,060	29,009
0,060	30,282	0,070	28,949
0,065	31,511	0,080	29,080
0,070	31,641	0,100	29,402
0,080	31,413	0,120	29,547
0,090	30,697	0,150	29,709
0,100	31,159	0,200	30,118
0,120	30,284		

Tabulka X 3: Naměřené hodnoty hustoty pro vzorky tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě a 10mM NaCl.

vodné prostředí		10mM NaCl	
koncentrace CAE [g/l]	hustota [g/cm ³]	koncentrace CAE [g/l]	hustota [g/cm ³]
0,1	0,996924	0,04	0,997873
0,2	0,996971	0,05	0,997876
0,25	0,997020	0,06	0,997881
0,3	0,997085	0,07	0,997886
0,4	0,997148	0,09	0,997889
0,5	0,997156	0,12	0,997891
0,6	0,997151	0,15	0,997899
0,7	0,997168		
0,8	0,997197		
1,0	0,997251		
1,1	0,997268		

Tabulka X 4: Naměřené hodnoty hustoty pro vzorky tenzidu CAE ve 100mM NaCl a 150mM NaCl.

100mM NaCl		150mM NaCl	
koncentrace CAE [g/l]	hustota [g/cm ³]	koncentrace CAE [g/l]	hustota [g/cm ³]
0,04	1,001492	0,01	1,003608
0,045	1,001525	0,02	1,003640
0,055	1,001561	0,03	1,003683
0,06	1,001578	0,04	1,003692
0,07	1,001593	0,07	1,003688
0,09	1,001603	0,10	1,003701
0,11	1,001614	0,15	1,003722

Tabulka X 5: Naměřené hodnoty ultrazvukové rychlosti roztoků CAE v ultračisté deionizované vodě při teplotě 25 °C.

koncentrace CAE [g/l]	relativní rychlost [m/s]
0,2	-0,07513
0,25	0,034685
0,3	0,103907
0,32	0,121460
0,35	0,156486
0,37	0,156964
0,4	0,199639
0,45	0,18162
0,5	0,18946

Tabulka X 6: Naměřené hodnoty ultrazvukové rychlosti roztoků CAE ve 150mM NaCl při teplotě 25 °C.

koncentrace CAE [g/l]	relativní rychlost [m/s]
0,01	9,32526
0,02	9,35856
0,03	9,37446
0,04	9,38013
0,05	9,38339
0,06	9,38938
0,07	9,38477

Tabulka X 7: Kalorimetrické titrace – naměřené hodnoty klerovaného tepla roztoků CAE v ultračisté deionizované vodě při teplotě 25 °C.

koncentrace CAE [g/l]	klerované teplo [μJ]	koncentrace CAE [g/l]	klerované teplo [μJ]
0	-167,697	10,909	11,807
0,599	-190,024	11,456	13,809
1,196	-186,565	11,999	15,468
1,790	-186,383	12,539	17,055
2,381	-182,985	13,077	17,987
2,969	-166,590	13,611	18,433
3,555	-145,221	14,143	18,367
4,138	-126,851	14,672	19,572
4,718	-107,124	15,198	18,177
5,295	-87,391	15,722	18,198
5,869	-67,763	16,242	18,544
6,440	-52,366	16,760	18,259
7,009	-38,314	17,275	17,574
7,575	-25,792	17,787	17,787
8,137	-15,347	18,296	17,562
8,698	-6,819	18,803	18,264
9,255	-0,991	19,307	16,540
9,809	4,576	19,807	16,681
10,361	8,829	20,305	15,735

Tabulka X 8: Naměřené hodnoty intenzity rozptýleného světla roztoků tenzidu CAE v ultračisté deionizované vodě.

koncentrace CAE [g/l]	intenzita rozptýleného světla [kcps]		
	1. měření	2. měření	3. měření
0,15	160,70	345,70	892,70
0,20	159,03	300,33	902,90
0,25	196,60	391,30	914,60
0,30	242,70	526,20	890,20
0,35	355,10	541,80	984,90
0,40	512,60	937,57	1345,77
0,45	678,40	1121,10	1659,00
0,50	1055,27	1428,40	1868,65
0,55	1545,57	1638,40	1954,10
0,60	1572,87	1867,30	2115,75
0,65	1742,80	1871,90	1901,10
0,70	1590,50	1719,83	1911,23
0,75	1765,23	1612,30	1920,20
0,80	1744,57	1782,30	1805,60
0,85	1561,05	1561,60	1735,50
0,90	1682,63	1726,37	1738,80
0,95	1624,00		1620,77
1,00	1421,17		1834,20

Tabulka X 9: Naměřené hodnoty intenzity rozptýleného světla roztoků tenzidu CAE ve 150mM NaCl.

koncentrace CAE [g/l]	intenzita rozptýleného světla [kcps]		
	1. měření	2. měření	3. měření
0	691,00	121,45	352,80
0,005	703,03	171,15	451,93
0,010	957,10	215,90	464,60
0,015	1216,00	246,27	509,37
0,020	1374,83	351,93	568,30
0,025	1358,80	514,10	942,10
0,030	1483,90	874,50	1576,80
0,035	1595,90	1052,20	1997,15
0,040	1622,30	1437,60	2056,60
0,045	2102,83	1645,80	2026,93
0,050	2424,07	1783,20	1697,35
0,055	3180,43	1923,33	1534,00
0,060	3485,20	2108,50	1484,25
0,065	3892,83	2260,00	1204,93
0,070	3882,65	2227,60	1114,90
0,075	4057,27	2277,00	1146,00
0,080	3968,50	2189,50	1170,20
0,085	3503,70		1381,60
0,090	3831,30		1586,60
0,095	2554,20		
0,100	2012,90		